

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

TIAGO SCHEFFER DE MATOS

ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA PARA O ESTUDO DA  
CORROSÃO EM TORRES DE TRANSMISSÃO DE ENERGIA ELÉTRICA

CURITIBA

2021

TIAGO SCHEFFER DE MATOS

ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA PARA O ESTUDO DA  
CORROSÃO EM TORRES DE TRANSMISSÃO DE ENERGIA ELÉTRICA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação  
em Engenharia e Ciência dos Materiais - PIPE,  
Setor de Tecnologia, Universidade Federal do  
Paraná, como requisito parcial à obtenção do título  
de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Kleber Franke Portella  
Coorientador: Prof. Dr. Sérgio Luiz Henke

CURITIBA

2021

Catálogo na Fonte: Sistema de Bibliotecas, UFPR  
Biblioteca de Ciência e Tecnologia

M433e    Matos, Tiago Scheffer de  
            Espectroscopia de impedância eletroquímica para o estudo da corrosão em torres de  
            transmissão de energia elétrica [recurso eletrônico] / Tiago Scheffer de Matos. – Curitiba, 2021.

            Tese - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia e Ciência dos Materiais - PIPE, 2021.

            Orientador: Kleber Franke Portella.  
            Coorientador: Sérgio Luiz Henke.

            1. Espectroscopia de ressonância magnética nuclear. 2. Solos - Corrosão. 3. Aço - Corrosão.  
I. Universidade Federal do Paraná. II. Portella, Kleber Franke. III. Henke, Sérgio Luiz. IV. Título.

CDD: 620.11223

Bibliotecária: Vanusa Maciel CRB- 9/1928

## TERMO DE APROVAÇÃO

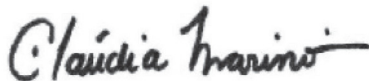
Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da tese de Doutorado de **TIAGO SCHEFFER DE MATOS** intitulada: **ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA PARA O ESTUDO DA CORROSÃO EM TORRES DE TRANSMISSÃO DE ENERGIA ELÉTRICA**, sob orientação do Prof. Dr. KLEBER FRANKE PORTELLA, que após terem inquirido o aluno e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua **aprovação** no rito de defesa.

A outorga do título de doutor está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 13 de Maio de 2021.



KLEBER FRANKE PORTELLA  
Presidente da Banca Examinadora



CLAUDIA ELIANA MARINO ZARBIN  
Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)



ALMIR SALES  
Avaliador Externo (UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS)



HAROLDO DE ARAÚJO PONTE  
Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)



LUCIA HELENA MASCARO  
Avaliador Externo (UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS)

Dedico este trabalho à minha família.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço ao meu orientador professor Dr. Kleber Franke Portella que me deu a oportunidade de realizar este trabalho e pelas contribuições, discussões e sobretudo pelo aprendizado durante esse período.

Ao meu coorientador prof. Dr. Sérgio Luiz Henke pela ajuda e conselhos durante o desenvolvimento desse estudo.

À infraestrutura e ao apoio em recursos humanos e financiamento à TAESA, projeto P&D 5012-0045/2016, à ANEEL e ao Lactec.

A todos os colegas bolsistas, estagiários e funcionários do Lactec pela ajuda e contribuições.

Ao centro de microscopia eletrônica da UFPR (CME/UFPR) pela realização das análises de Espectroscopias Raman.

Aos professores do PIPE-UFPR pelos ensinamentos durante o curso de doutorado, que contribuíram para o processo de formação.

À secretaria do PIPE-UFPR, pela ajuda com a documentação nesse período do doutorado.

Aos servidores do sistema de bibliotecas (SiBi) da UFPR pelos esclarecimentos em relação a normalização da tese.

Aos amigos Paulo e Mônica pela leitura e sugestões na elaboração dessa tese.

Aos amigos conquistados durante o doutorado, pelas palavras de incentivo e pelos cafés compartilhados.

As pessoas que direta ou indiretamente contribuíram de alguma forma para que essa tese de doutorado fosse finalizada.

“One hour in library can save one year in laboratory”.  
(Autor desconhecido)

## RESUMO

A corrosão nos sistemas de ancoragem das torres estaiadas de linhas de transmissão de energia elétrica compromete a sua integridade mecânica com o decorrer dos anos, podendo ocasionar, até mesmo, a queda de uma estrutura, e consequentemente a interrupção no fornecimento de energia elétrica, resultando em prejuízos diretos e indiretos à concessionária e à sociedade. Apesar da importância deste tipo de ancoragem na segurança e na confiabilidade das torres estaiadas, as técnicas utilizadas para o diagnóstico do processo da corrosão das hastes de âncora imersas em meio cimentício e em solos de diferentes graus de corrosividade, não têm mostrado resultados conclusivos sobre seu estado de conservação e a necessidade de manutenção preventiva. Assim, como participação científica na área, foi avaliado o mecanismo de corrosão envolvido neste processo, em decorrência de seus contatos com o solo agressivo e de falhas no encapsulamento na pasta de cimento, que é aplicada durante as suas fixações no solo. Com isso, foram propostas novas metodologias para estimar a resistividade do solo em campo e de diagnóstico de falhas no seu encapsulamento, baseadas na identificação das constantes de tempo relacionadas à estrutura de poros da pasta de encapsulamento, pela técnica de espectroscopia de impedância eletroquímica, EIS, em conjunto com a avaliação da distribuição das constantes de tempo (DRT), até então identificadas somente pela técnica de relaxometria de ressonância magnética nuclear (RMN). Como principais resultados, foi possível evidenciar um dos mecanismos de corrosão e identificar que a os processos corrosivos severos ocorreram em hastes de âncora localizadas em solos com baixa resistividade ( $< 15,0 \, \Omega.m$ ) e com a presença de falhas no encapsulamento cimentício. Os resultados de resistividade elétrica do solo por EIS foram considerados estatisticamente iguais ao método normatizado de laboratório. Também foi possível detectar a presença da pasta de cimento em solos com resistividades de  $4,0 - 200 \, \Omega.m$ , pela identificação da constante de tempo em  $0,10 \, ms$ , atribuída à água presente nas intercamadas do gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Adicionalmente, na pesquisa, foi proposta a utilização de medidas de potencial de circuito aberto (OCP) em conjunto com a análise de resistividade do solo e de falhas no encapsulamento, para obter informações sobre o estado da haste de âncora em solos essencialmente não corrosivos, evitando a troca de hastes de âncora íntegras. Assim, pelas técnicas desenvolvidas em laboratório, pode ser possível certificar e estimar o momento de manutenção das hastes de âncora em condições similares de exposição ambiental, aumentando a confiabilidade e reduzindo os custos no setor elétrico, podendo-se, inclusive, extrapolar sua utilização em outras áreas que necessitem avaliar o processo de corrosão de sistemas similares a este.

Palavras-chave: Torres estaiadas. Hastes de âncora. Corrosão. Espectroscopia de impedância eletroquímica. Distribuição das constantes de tempo.



## ABSTRACT

Corrosion in the anchorage systems of guyed towers of electric power transmission lines compromises their mechanical integrity over the years, and may even cause a structure failure, and consequently the interruption in the electricity supply, resulting in direct and indirect losses to the concessionaire and society. Although the importance of this type of anchoring in the safety and reliability of guyed towers, the techniques used to diagnose the corrosion process of encased anchor rods buried in soils of different degrees of corrosivity, have not shown conclusive results on their state of conservation and the need for preventive maintenance. Thus, as scientific participation in the area, in this research the corrosion mechanism of the anchor rods was evaluated, where it was identified that the corrosion occurred due to the contact of the steel with the corrosive soil, as a result of failures in the cement paste encasement, which is applied during its fixation on the ground. Thus, new methodologies were proposed to estimate the resistivity of the soil in the field and to diagnose encasement failures. These were based on the identification of the time constants related to the pore structure of the cement paste, identified only by the technique of nuclear magnetic resonance (NMR) relaxometry, using the technique of electrochemical impedance spectroscopy (EIS) together with the evaluation of the distribution relaxation times constants (DRT). As main results, it was possible to evidence one of the existing mechanisms of corrosion and to identify that the severe corrosive processes occurred in anchor rods located in soils with low resistivity ( $< 15,0 \Omega.m$ ) and with the presence of failures in the cement paste encasement. The results of electrical resistivity of the soil by EIS were considered statistically equal to the standard laboratory method. It was also possible to detect the presence of cement paste in soils with resistivities of  $4.0 - 200 \Omega.m$ , by identifying the time constant in  $0.10$  ms, attributed to water present in the interlayer of hydrated calcium silicate gel (CSH). Additionally, in the research, it was proposed to use open circuit potential (OCP) measures in conjunction with the analysis of soil resistivity and encasement failures, to obtain information on the state of the anchor rod in essentially non-corrosive soils, avoiding the exchange of uncorroded anchor rods. Thus, by the techniques developed in the laboratory, it may be possible to certify and estimate the moment of maintenance of the anchor rods in similar conditions of environmental exposure, increasing the reliability and reducing the costs in the electric sector, and it may even be possible to extrapolate its use in other areas that need to evaluate the corrosion process of systems similar to this one.

**Keywords:** Guyed towers. Anchor rods. Corrosion. Electrochemical impedance spectroscopy. Distribution of relaxation times.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 –	TORRE ESTAIADA DE UMA LT LOCALIZADA NO ESTADO DO RIO GRANDE DO NORTE (ESQUERDA) E HASTE DE ÂNCORA ENCAPSULADA EM PASTA DE CIMENTO (DIREITA) .....	21
FIGURA 2 -	NÚMERO DE ARTIGOS PUBLICADOS NOS PERIÓDICOS DA BASE DE DADOS SCOPUS® NO PERÍODO DE 1990-2020, CONTENDO OS TERMOS EM INGLÊS, EIS OR “ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY” .....	23
FIGURA 3 -	NÚMERO DE ARTIGOS PUBLICADOS NOS PERIÓDICOS DA BASE DE DADOS SCOPUS®, NO PERÍODO DE 2007-2020, (DRT OR “DISTRIBUTION OF RELAXATION TIMES” E EIS OR “ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY”) .....	24
FIGURA 4 -	DIAGRAMA DE POUBAIX (pH - POTENCIAL) DO FERRO (A) EVIDENCIANDO AS REGIÕES DE CORROSÃO, IMUNIDADE E SUA PASSIVIDADE EM MEIO AQUOSO, E O SEU DIAGRAMA DE CORRENTE-POTENCIAL EM pH 3,0 e 8,4.....	30
FIGURA 5 -	ILUSTRAÇÃO DA FORMAÇÃO DE UMA CÉLULA ELETROQUÍMICA DE CONCENTRAÇÃO DEVIDO AO CONTATO DA HASTE DE ÂNCORA ENCAPSULADA EM PASTA DE CIMENTO COM O SOLO.....	33
FIGURA 6 -	ILUSTRAÇÃO DA MICROESTRUTURA DA PASTA DE CIMENTO COM A ÁGUA DO GEL C-S-H (AZUL CLARO) E A ÁGUA DE HIDRATAÇÃO DA INTERCAMADA (AZUL ESCURO) E DO PORO NÃO-COMUNICANTE .....	36
FIGURA 7 -	ILUSTRAÇÃO DA LINHA CRONOLÓGICA DA TÉCNICA DE EIS E DAS CONTRIBUIÇÕES CIENTÍFICAS NA AVALIAÇÃO DE TAXA DE CORROSÃO .....	43
FIGURA 8 -	ILUSTRAÇÃO DE UMA ANÁLISE DE EIS REALIZADA EM OCP NA REGIÃO LINEAR DA CURVA CORRENTE <i>VERSUS</i> POTENCIAL.....	43
FIGURA 9 -	ILUSTRAÇÃO DO DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DE UMA ANÁLISE DE EIS .....	46

FIGURA 10 - ILUSTRAÇÃO CONTENDO AS ATIVIDADES EXECUTADAS NESSE ESTUDO .....	57
FIGURA 11 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA DE ACRÍLICO UTILIZADA NAS ANÁLISES DE RESISTIVIDADE DO SOLO PELO MÉTODO ASTM E POR EIS .....	63
FIGURA 12 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA DE ACRÍLICO PREENCHIDA COM SOLO NA CONFIGURAÇÃO DE DOIS ELETRODOS, UTILIZADA NAS ANÁLISES DE RESISTIVIDADE POR EIS .....	64
FIGURA 13 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA UTILIZADA NA ETAPA 1, DE CARACTERIZAÇÃO DA PASTA DE CIMENTO UTILIZADA NO ENCAPSULAMENTO DAS HASTES DE ÂNCORA.....	66
FIGURA 14 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA E DOS CORPOS DE PROVA DE PASTA DE CIMENTO UTILIZADOS NA ETAPA 2 (SEM FALHA) DO DESENVOLVIMENTO DA METODOLOGIA DE DETECÇÃO DE FALHAS NO ENCAPSULAMENTO .....	67
FIGURA 15 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA UTILIZADA NO ENSAIO DE DETECÇÃO DE FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> NO ENCAPSULAMENTO....	68
FIGURA 16 - CIRCUITO DE REFERÊNCIA UTILIZADO PARA VERIFICAR A EXATIDÃO DOS DADOS OBTIDOS PELA FERRAMENTA DRTtools .....	69
FIGURA 17 - REGISTRO FOTOGRÁFICO DA MEDIDA DO OCP EM UMA HASTE DE ÂNCORA GALVANIZADA COM 40 cm ENTERRADA NO SÍTIO EXPERIMENTAL NA CIDADE DE CURITIBA.....	70
FIGURA 18 - REGISTRO FOTOGRÁFICO DE UMA SEÇÃO DA LT (ESQUERDA), COM DESTAQUE PARA O SISTEMA DE ANCORAGEM (CENTRO) E COM AS HASTES DE ÂNCORA COM CORROSÃO RETIRADAS DE CAMPO APÓS CAMPANHA DE MANUTENÇÃO PREVENTIVA (DIREITA).....	71
FIGURA 19 - MICROESTRUTURA DA HASTE DE ÂNCORA COM AS ÁREAS INDEXADAS NA TONALIDADE VERMELHA, COM A ESTRUTURA DA LIGA FERROSA TIPO CCC.....	73

FIGURA 20 - MAPAS DE DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO E FORMATO DOS GRÃOS (a, b); HISTOGRAMAS COM AS CORES DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO E DO FORMATO DOS GRÃOS DA HASTE DE ÂNCORA ANALISADA (c, d).....	74
FIGURA 21 - IMAGEM EM MAPA, POR FEG-SEM/EBSD, DO CONTO DE DEFORMAÇÃO DOS GRÃOS E O HISTOGRAMA DA DESORIENTAÇÃO DOS GRÃOS DO AÇO DA HASTE DE ÂNCORA.....	75
FIGURA 22 - FEG-SEM/EBSD MAPA (a) E FIGURA (b) DE POLO INVERSO DAS DIREÇÕES CRISTALOGRÁFICAS PRESENTES NO AÇO DA HASTE DE ÂNCORA.....	76
FIGURA 23 - MICROGRAFIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL (a-b) E SUPERFÍCIE (c-d) COLETADO DE UMA HASTE DE ÂNCORA COM CORROSÃO, RETIRADA DO SOLO EC, COM FORMAÇÕES EM MULTICAMADAS E LAMINAR ATRIBUIDAS A LEPIDOCROCITA .....	77
FIGURA 24 - SEÇÃO TRANSVERSAL DE UM FRAGMENTO DE PRODUTO DE CORROSÃO RETIRADO DA SUPERFÍCIE DA HASTE DE ÂNCORA E ESPECTRO RAMAN DA SUPERFÍCIE (01) E INTERIOR DA SEÇÃO ANALISADA .....	79
FIGURA 25 - DIFRATOGRAMA DE RAIOS X DOS PRODUTOS DE CORROSÃO COLETADOS NA SUPERFÍCIE DA HASTE DE ÂNCORA ENTERRADA NO SOLO EC .....	80
FIGURA 26 - DISTRIBUIÇÃO DA RESISTIVIDADE DO SOLO DA LT, NAS 35 AMOSTRAS ANALISADAS.....	82
FIGURA 27 - AMOSTRA DE SOLO ADERIDO NA HASTE DE ÂNCORA ENTERRADA NO SOLO EC, RETIRADA DA LT APÓS CAMPANHA DE MANUTENÇÃO .....	85
FIGURA 28 - TAXA DE CORROSÃO (mm/ano) DO AÇO CARBONO 1020 NO SOLO PRÓXIMO AO SISTEMA DE ANCORAGEM DE 3 TORRES DA LT EM ESTUDO DE CASO.....	86
FIGURA 29 - PRECIPITAÇÃO (mm) NAS CIDADES ONDE FORAM INSTALADOS OS CUPONS DE CORROSÃO DURANTE O PERÍODO DE EXPOSIÇÃO.....	88

FIGURA 30 - METALOGRAFIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL DE UMA HASTE DE ÂNCORA COM CORROSÃO UNIFORME.....	89
FIGURA 31 - GRÁFICO DA CORRENTE VERSUS POTENCIAL PARA O SOLO (EC) REALIZADA SEGUNDO A NORMA ASTM G187-18 <sup>96</sup> .....	92
FIGURA 32 - DIAGRAMA DE BODE DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO EC PELA TÉCNICA DE EIS, COM INFORMAÇÃO DA FREQUÊNCIA ONDE FOI ENCONTRADO O MENOR ÂNGULO DE FASE .....	93
FIGURA 33 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO EC PELA TÉCNICA DE EIS, COM INFORMAÇÕES DO VALOR DE $Z_{REAL}$ E A FREQUÊNCIA ONDE FOI OBTIDO .....	93
FIGURA 34 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO LC, COM INFORMAÇÕES DO VALOR DE $Z_{REAL}$ E A FREQUÊNCIA ONDE FOI OBTIDO .....	94
FIGURA 35 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO NC, COM INFORMAÇÕES DO VALOR DE $Z_{REAL}$ E A FREQUÊNCIA ONDE FOI OBTIDO .....	94
FIGURA 36 - REGISTRO FOTOGRÁFICO DO KIT PARA ANÁLISE DA RESISTIVIDADE DO SOLO EM CAMPO (ESQUERDA), E DA <i>SOIL BOX</i> PREENCHIDA COM SOLO NO MOMENTO DA ANÁLISE (DIREITA) .....	97
FIGURA 37 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA FREQUÊNCIA DE RELAXAÇÃO .....	98
FIGURA 38 - DIAGRAMA DE BODE DA ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA FREQUÊNCIA DE RELAXAÇÃO E DA FREQUÊNCIA DO VALOR MÁXIMO DO ÂNGULO DE FASE .....	99
FIGURA 39 - DIAGRAMA DA PARTE REAL E IMAGINÁRIA DA IMPEDÂNCIA VS. A FREQUÊNCIA DA ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA FREQUÊNCIA DE RELAXAÇÃO .....	99

FIGURA 40 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO DE RELAXAÇÃO (s) PELA FERRAMENTA DRTtools PARA A ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA SUA CONSTANTE DE TEMPO .....	101
FIGURA 41 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA PASTA DE CIMENTO SATURADA APÓS 90 DIAS .....	102
FIGURA 42 - INFLUÊNCIA DO PARÂMETRO DE REGULARIZAÇÃO ( $\lambda$ ) NA DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO ( $\tau$ ) DA PASTA DE CIMENTO SATURADA .....	103
FIGURA 43 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO ( $\tau$ ) DA PASTA DE CIMENTO SATURADA .....	104
FIGURA 44 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS DO METAL EM CONTATO COM O SOLO EC (FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO EC .....	106
FIGURA 45 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO A PARTIR DOS DADOS DE EIS, DO METAL EM CONTATO COM O SOLO EC (FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO EC .....	107
FIGURA 46 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS DO METAL EM CONTATO COM O SOLO LC (FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO LC .....	109
FIGURA 47 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO A PARTIR DOS DADOS DE EIS, DO METAL EM CONTATO COM O SOLO LC (FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO LC .....	110
FIGURA 48 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS DO METAL EM CONTATO COM O SOLO NC (FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO NC .....	112

FIGURA 49 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO A PARTIR DOS DADOS DE EIS, DO METAL EM CONTATO COM O SOLO NC (FALHA DE 12,15 cm <sup>2</sup> ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO NC .....	113
FIGURA 50 - DIAGRAMA DE BODE COM O ÂNGULO DE FASE DAS ANÁLISES REALIZADAS COM A PRESENÇA DA PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA).....	114
FIGURA 51 - ILUSTRAÇÃO DA APLICAÇÃO DA METODOLOGIA DE DETECÇÃO DE FALHAS NO ENCAPSULAMENTO CIMENTÍCIO NO SISTEMA DE ANCORAGEM DE UMA TORRE ESTAIADA DE LT .....	117

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - FAIXAS DE CONDIÇÕES DE CORROSÃO EM RELAÇÃO AO POTENCIAL DO AÇO NO CONCRETO BASEADA NA NORMA ASTM C876 <sup>85</sup> .....	55
TABELA 2 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA HASTE DE ÂNCORA RETIRADA DE CAMPO.....	72
TABELA 3 - COMPOSIÇÃO SEMIQUANTITATIVA DOS PRODUTOS DE CORROSÃO (% MASSA) DA ÁREA DESTACADA NA FIGURA 23, SENDO: 01 – SEÇÃO TRANSVERSAL, E 02, SUPERFICIAL À BARRA. ....	78
TABELA 4 - FAIXAS DE DESLOCAMENTOS RAMAN (cm <sup>-1</sup> ) NO QUAL OS PICOS SÃO USUALMENTE POSICIONADOS NA LITERATURA. ....	80
TABELA 5 - RESULTADOS DAS INSPEÇÃO VISUAL DAS HASTES DE ÂNCORA DAS TORRES ESTAIADAS DA LT DISPOSTAS EM SOLOS COM DIFERENTES RESISTIVIDADES.....	83
TABELA 6 - COMPOSIÇÃO E CARACTERÍSTICAS DE ALGUNS SOLOS RETIRADOS DA LT.....	84
TABELA 7 - VARIAÇÃO DO pH, ÍONS CLORETO, SULFATO E RESISTIVIDADE DO SOLO EC, ATÉ 2 m DE PROFUNDIDADE. ....	84
TABELA 8 - TEOR DE ÍONS CLORETO E SULFATO ENCONTRADOS NO SOLO ADERIDO À HASTE DE ÂNCORA RETIRADA DO SOLO EC DA LT.....	85
TABELA 8 - RESULTADOS DE RESISTIVIDADE DE 3 AMOSTRAS DE SOLO PELO MÉTODO ASTM G187-18 <sup>96</sup> E PELO MÉTODO PROPOSTO POR EIS. ....	95
TABELA 10 - RESULTADOS DE RESISTIVIDADE DE 3 AMOSTRAS DE SOLO POR EIS COM O CÁLCULO UTILIZANDO O VALOR DE Z <sub>REAL</sub> NO ÂNGULO DE FASE MÍNIMO E NA FREQUÊNCIA DE 10,0 E 1,0 kHz.....	96
TABELA 11 - RELAÇÃO ENTRE AS CONSTANTES DE TEMPO OBTIDAS NA PASTA DE CIMENTO POR EIS/DRT, RMN (LITERATURA) E A SUA ORIGEM .....	104



TABELA 12 - OCP DAS PLACAS DE AÇO E DAS HASTES EM DIFERENTES CONDIÇÕES E AMBIENTES .....	115
---	-----

## LISTA DE SIGLAS

ABNT	-	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	-	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CE	-	Contra eletrodo
CPE	-	Elemento de Fase Constante
CSE	-	Eletrodo de Cobre/Sulfato de Cobre
DRT	-	Distribuição dos Tempos de Relaxação
DRX	-	Difração de Raios X
EBSD	-	Difração dos Elétrons Retroespalhados
EDS	-	Espectroscopia de Energia Dispersiva
EIS	-	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica
EPRI	-	<i>Electric Power Research Institute</i>
FEG	-	Canhão de Emissão de Campo
WE	-	Eletrodo de trabalho
GWT	-	Teste de ondas guiadas
Icorr	-	Corrente de corrosão
LPR	-	Resistência a polarização Linear
LST	-	Teoria dos Sistemas Lineares
LT	-	Linha de Transmissão de energia elétrica
MEV	-	Microscópio Eletrônico de Varredura
NDT	-	Testes Não Destrutivos
OCP	-	Potencial de Circuito Aberto
PIB	-	Produto Interno Bruto
RE	-	Eletrodo de Referência
RIMT <sup>®</sup>	-	Técnica de Impulso Reflectométrico
Rp	-	Resistência à polarização
SCE	-	Eletrodo de Calomelano Saturado
Z	-	Módulo da impedância
Z <sub>imag</sub>	-	Impedância do eixo imaginário
Z <sub>real</sub>	-	Impedância do eixo real

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\Omega$	-	Ohm
$\tau$	-	Constante de tempo
$\lambda$	-	Parâmetro de regularização
$\rho$	-	Resistividade
®	-	Marca Registrada

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>20</b>
1.1	JUSTIFICATIVA.....	24
1.2	OBJETIVOS .....	25
1.2.1	Objetivo geral .....	25
1.2.2	Objetivos específicos.....	26
1.3	PRINCIPAIS CONTRIBUIÇÕES DESTA TESE DE DOUTORADO .....	26
1.4	ESTRUTURA DA TESE .....	27
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>28</b>
2.1	CORROSÃO E O AMBIENTE .....	28
2.1.1	Corrosão pelo solo.....	30
2.1.2	Corrosão do aço em estruturas encapsuladas em cimento.....	35
2.1.3	Aços estruturais em ambientes corrosivos .....	38
2.2	ESTRUTURA DE POROS DE COMPOSTOS CIMENTÍCIOS POR RELAXOMETRIA DE RMN .....	40
2.3	ENSAIOS ELETROQUÍMICOS E DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO POR EIS .....	42
2.3.1	Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) .....	44
2.3.2	Distribuição das constantes de tempo dos dados de EIS.....	48
2.3.3	Qualidade dos dados de EIS .....	52
2.3.4	Potencial de circuito aberto (OCP) .....	54
2.4	TÉCNICAS ADICIONAIS DE DIAGNÓSTICO DE CORROSÃO EM CAMPO .....	56
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>57</b>
3.1	MATERIAIS .....	57
3.2	MÉTODOS .....	59
3.2.1	Inspeção visual das hastes de âncora.....	59
3.2.2	Composição química da haste de âncora.....	59
3.2.3	Caracterização da pasta de cimento aderida às hastes de âncora .....	59
3.2.4	Caracterização de íons no solo .....	60
3.2.5	Caracterização dos produtos de corrosão .....	60
3.2.6	Taxa de corrosão em campo .....	62
3.2.7	Resistividade do solo.....	62

3.2.8	Ensaios eletroquímicos.....	63
3.2.8.1	Configuração da célula .....	63
3.2.8.2	Resistividade do solo por EIS.....	64
3.2.8.3	Deteção de falha no encapsulamento.....	66
3.2.8.4	Potencial de circuito aberto (OCP) .....	69
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>71</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS.....	71
4.1.1	Composição química da haste de âncora.....	72
4.1.2	Microestrutura do aço da haste de âncora .....	73
4.1.3	Caracterização dos produtos de corrosão .....	77
4.1.4	Caracterização das pastas de cimento aderidas às hastes de âncora .....	81
4.1.5	Caracterização dos solos .....	82
4.1.6	Caracterização do solo aderido na haste de âncora.....	85
4.1.7	Avaliação da corrosividade do solo em campo.....	86
4.2	MECANISMO DE CORROSÃO.....	89
4.3	ANÁLISE DA RESISTIVIDADE DO SOLO POR EIS.....	91
4.4	VERIFICAÇÃO DA ACURÁCIA DA FERRAMENTA DRTTOOLS.....	97
4.5	ANÁLISE DE DRT DA PASTA DE CIMENTO .....	101
4.6	DETECÇÃO DE FALHAS NO ENCAPSULAMENTO .....	106
4.7	DETECÇÃO DE PROCESSOS CORROSIVOS .....	115
4.8	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	116
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>118</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>120</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>121</b>
	<b>APÊNDICE 1 – PRODUÇÃO CIENTÍFICA .....</b>	<b>134</b>
	<b>APÊNDICE 2 – QUALIDADE DOS DADOS DAS ANÁLISES DE EIS .....</b>	<b>136</b>
	<b>APÊNDICE 3 – GUIA RÁPIDO PARA ANÁLISE DA RESISTIVIDADE DO SOLO POR EIS .....</b>	<b>143</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As linhas de transmissão de energia elétrica (LTs) são essenciais para o transporte de energia das unidades geradoras até as distribuidoras. No ano de 2020, existia no Brasil 145.600 km de LTs no Sistema Interligado Nacional (SIN), interligando os ativos de produção às redes de distribuição em todo país<sup>1</sup>.

Atualmente, as torres que sustentam os cabos condutores de diversas LTs são, em grande parte, de estruturas estaiadas (FIGURA 1), principalmente, devido ao baixo custo de instalação quando comparado a outros modelos. Essas torres metálicas são ancoradas por cabos de aço denominados estais, os quais são fixados ao solo por hastes de aço denominadas hastes de âncoras. Essas hastes geralmente são encapsuladas em pasta de cimento para melhorar a fixação da estrutura, além de proteger o metal do contato com diferentes tipos de solo. Entretanto, algumas falhas na construção ou formação de trincas na pasta de cimento podem deixar parte do metal em contato direto com o solo, dando início ao processo corrosivo<sup>2</sup>. Assim, neste caso, tem-se que dar importância também ao meio de sua imersão, já que alguns fatores ou parâmetros são essenciais para a sua conservação, como as propriedades do solo do seu entorno, como: faixa granulométrica, presença de sais minerais dissolvidos, teor de umidade, entre outros, e são considerados como alguns dos responsáveis por alterações em sua resistividade elétrica, e, por sua vez, à sua corrosividade eletroquímica<sup>3,4</sup>. Como exemplo, em um estudo sobre a corrosão de oleodutos no solo, foi identificado que o contato do metal com o solo corrosivo representou 67% dos casos reportados. O restante das ocorrências foi devido aos danos no revestimento, contato com metais dissimilares, correntes espúrias e outras causas não identificadas<sup>3,4</sup>.

A corrosão ocorre de diversas formas, sendo classificada como um fenômeno químico, bioquímico ou eletroquímico, e é observada quando um metal fica em contato com um ambiente corrosivo<sup>5,6</sup>.

No processo de corrosão o metal é gradualmente consumido formando subprodutos como os depósitos de óxidos e hidróxidos de ferro, no caso da corrosão de ligas ferrosas. Esse fenômeno normalmente resulta com a redução ou a perda da resistência mecânica e os problemas ocasionados causam custos para os diversos setores da indústria, pela necessidade de manutenções preventivas e corretivas<sup>6</sup>.

FIGURA 1 – TORRE ESTAIADA DE UMA LT LOCALIZADA NO ESTADO DO RIO GRANDE DO NORTE (ESQUERDA) E HASTE DE ÂNCORA ENCAPSULADA EM PASTA DE CIMENTO (DIREITA)



FONTE: O autor (2018).

No casos das torres de LTs estaiadas, a detecção tardia de falha da ancoragem pode levar à perda de sustentação e, até mesmo, à sua queda, com impactos negativos no fornecimento de energia elétrica, ocasionando custos diretos e indiretos às empresas do setor elétrico e à sociedade<sup>7</sup>.

Embora, os métodos de detecção dos processos corrosivos de peças ou equipamentos tenham avançado no sentido de minimizar os efeitos que uma avaliação tardia pode causar, a inspeção de estruturas enterradas no solo ainda é feita, na maioria das vezes, pela retirada e inspeção visual dos materiais após a escavação ao redor do ponto de fixação da haste de âncora. Esse procedimento demanda altos custos, pois dificilmente é possível avaliar todos os pontos de fixação das torres, uma vez que se encontram instaladas 4 hastes de âncora por unidade, em toda a extensão da LT. Soma-se a isto o fato dessa intervenção ser destrutiva, ou seja, mesmo que a haste esteja íntegra será necessário realizar a sua troca pois a estrutura e o encapsulamento são danificados no processo de inspeção<sup>2,8,9</sup>.

Alguns métodos de detecção de corrosão em estruturas encapsuladas em concreto ou pasta cimento tem sido aplicados, como por exemplo técnicas de micro tomografia de raios X, de impulso reflectométrico (*Refectometric Impulse Measurement Technique*, RIMT<sup>®</sup>), e de sensores eletroquímicos, com o objetivo de prever, em tempo hábil, a necessidade de reparo ou a troca das hastes metálicas,

principalmente, em obras de construção civil como em prédios e pontes. Entretanto, a utilização desses métodos para a avaliação do sistema de ancoragem de torres estaiadas de LTs não tem trazido resultados satisfatórios<sup>2,10,11,12</sup>.

Em contrapartida, as técnicas eletroquímicas são utilizadas no estudo de corrosão em materiais metálicos em diferentes ambientes. Dentre essas técnicas, o potencial de circuito aberto (*Open Circuit Potencial*, OCP), e a espectroscopia de impedância eletroquímica (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*, EIS), são amplamente utilizadas devido ao fato de serem não-destrutivas, ou seja, o potencial ou a corrente elétrica, quando aplicados, são de baixa magnitude (10-25 mV) em relação ao OCP o que não ocasiona alterações no material analisado. Entretanto, para a realização de medidas quantitativas de taxa de corrosão, é necessário o conhecimento prévio da área de metal exposta, o que nem sempre é de fácil obtenção e está disponível, em especial em estruturas enterradas<sup>6</sup>.

A técnica de EIS tem se destacado como uma ferramenta na caracterização de materiais, interfaces, cinética de eletrodos, propriedades físicas, elétricas e outras, em diferentes campos de estudo<sup>13,14</sup>.

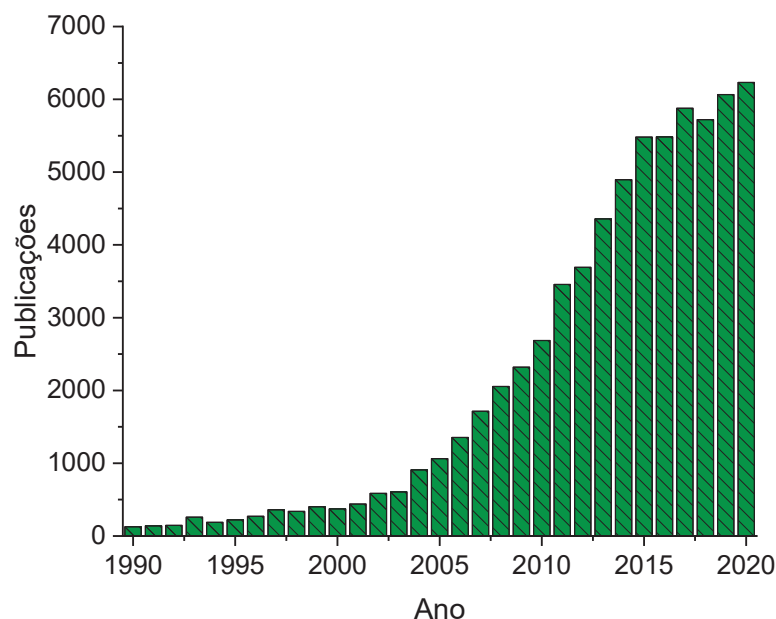
Na FIGURA 2, é possível visualizar o aumento do número de publicações de artigos que incluem os termos em língua inglesa: (EIS or “electrochemical impedance spectroscopy”) no título, resumo e palavras-chave na base de dados Scopus®, no período entre 1990 e 2020. Desses estudos 21,4% foram realizados na área de Ciências dos Materiais<sup>15</sup>.

Muitos pesquisadores têm utilizado a técnica de EIS na avaliação da corrosão em solo e concreto. Porém, um problema comum na sua utilização ou aplicação advém da interpretação dos resultados com base no formato dos diagramas (diagramas no plano complexo e de Bode), ou com a utilização de circuitos elétricos equivalentes (EEC) sem o conhecimento prévio dos processos físico-químicos que ocorrem no material<sup>13,16,17,18,19</sup>.

Uma abordagem promissora na avaliação dos dados de EIS é a utilização de técnicas de análise da distribuição dos tempos de relaxação (*Distribution of Relaxation Times*, DRT), também chamada de constante de tempo ( $\tau$ ). Por meio dessa abordagem, é possível separar os processos individuais que podem estar sobrepostos no espectro de EIS, com base nas suas constantes de tempo de relaxação<sup>20</sup>



FIGURA 2 - NÚMERO DE ARTIGOS PUBLICADOS NOS PERIÓDICOS DA BASE DE DADOS SCOPUS® NO PERÍODO DE 1990-2020, CONTENDO OS TERMOS EM INGLÊS, EIS OR “ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY”



FONTE: Scopus®. Acesso em: 20/03/2021<sup>15</sup>.

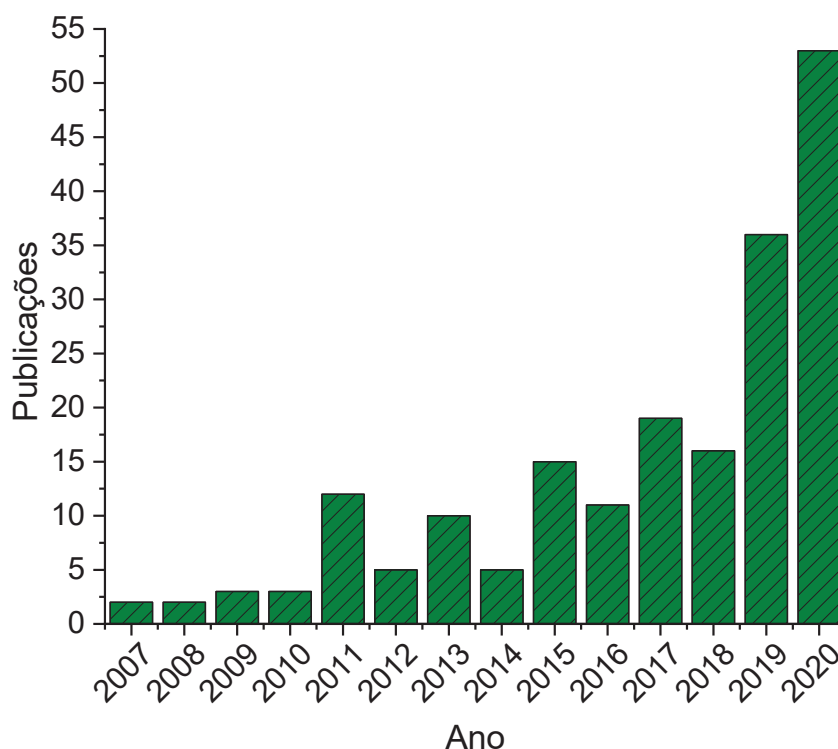
Embora, a distribuição dos tempos de relaxação seja muito utilizada na caracterização de materiais e processos nos mais variados campos de estudo, e obtida por diferentes técnicas, como por exemplo por ressonância magnética nuclear (RMN) <sup>21,22</sup>, ainda é pouco utilizada para a análise dos dados de EIS, principalmente, devido à falta de programas comerciais disponíveis<sup>23</sup>.

O número de artigos publicados entre 2007 e 2019 que contém os termos DRT or “Distribution of Relaxation Times” e EIS or “Electrochemical Impedance Spectroscopy” no título, resumo ou palavras-chave, na base de dados Scopus® no período de 2007 a 2020 está presente na FIGURA 3<sup>15</sup>.

Apesar do discreto aumento do número de publicações, contendo a DRT, dos dados de EIS, nos últimos 5 anos, esse número ainda é muito pequeno quando comparado ao total de publicações com o termo EIS detalhado na FIGURA 2. Ao se comparar o ano completo de 2019, o número de publicações, contendo a DRT, representou, aproximadamente, 0,60% do total de artigos de EIS, ou seja, apenas 35 artigos do total de 6065 publicados nesse ano continham essa análise.

Já, no ano de 2020, esse percentual de publicações foi de 0,85%, decorrente do aumento de publicações em EIS, contendo a análise de DRT, que teve um acréscimo de, aproximadamente, 50% em relação ao ano de 2019.

FIGURA 3 - NÚMERO DE ARTIGOS PUBLICADOS NOS PERIÓDICOS DA BASE DE DADOS SCOPUS®, NO PERÍODO DE 2007-2020, (DRT OR “DISTRIBUTION OF RELAXATION TIMES” E EIS OR “ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY”)



FONTE: Scopus®. Acesso em: 20/03/2021<sup>15</sup>.

Devido ao fato de não existirem atualmente técnicas não-destrutivas (*nondestructive testing*, NDT), eficazes nos diagnóstico da corrosão de hastes de âncora encapsuladas em pasta de cimento e dispostas em diferentes solos, este estudo explorou a possibilidade do desenvolvimento de uma metodologia de inspeção NDT para detectar a corrosão devido a possíveis falhas no encapsulamento de hastes de âncora de torres estaiadas de LTs, baseada na resistividade do solo e na identificação das constantes de tempo do solo e da pasta de cimento por meio da técnica de EIS com a análise de DRT e, posteriormente, do OCP.

### 1.1 JUSTIFICATIVA

Os custos relacionados aos danos causados pelos processos de corrosão em diferentes setores foram estimados em uma pesquisa publicada no ano de 2002 nos Estados Unidos, sendo da ordem de 276 bilhões de dólares anuais, o que representou 3,1% do Produto interno bruto (PIB) do país naquele ano<sup>24</sup>.

No setor elétrico foram considerados apenas os custos diretos, relacionados às trocas de peças de equipamentos, onde o valor de 6,9 bilhões de dólares foi estimado, sendo que 600 milhões de dólares foram relativos aos custos de corrosão no setor de transmissão e de distribuição de energia elétrica<sup>24</sup>.

Em outro estudo, publicado pelo instituto de pesquisa em energia elétrica (EPRI), de Palo Alto na Califórnia, os custos diretos e indiretos relacionados à corrosão foram avaliados, sendo na indústria da energia elétrica de, aproximadamente, 17 bilhões de dólares no ano de 1998, representando 7,9% do custo da eletricidade para os consumidores dos Estados Unidos. Segundo esse estudo, cerca de 22% desses custos poderiam ter sido evitados pela implantação de medidas adicionais de proteção em ambientes corrosivos<sup>25</sup>.

No caso específico de torres estaiadas de LT, o custo para a substituição de cada haste de âncora foi estimado em R\$ 20.000,00<sup>2</sup>, ou seja, o custo total para a substituição do sistema de ancoragem de uma torre com 4 hastes de âncora é de R\$ 80.000,00. Apesar disso, a inspeção visual (técnica destrutiva) ainda é amplamente utilizada nos procedimentos de manutenção, principalmente devido à ausência de NDTs comprovadamente eficazes na detecção do estado de corrosão das hastes de âncora enterradas no solo<sup>2,10</sup>. Isso, pode levar em muitos casos a gastos desnecessários, pois, como já citado, uma vez realizada a inspeção visual, é necessário realizar a troca da haste de âncora, mesmo que esteja íntegra<sup>2,8,9</sup>. Em 2013, o custo global da corrosão foi estimado na ordem de 2,5 trilhões de dólares, o que representou 3,4% do PIB mundial<sup>26</sup>.

## 1.2 OBJETIVOS

### 1.2.1 Objetivo geral

Investigar os mecanismos de corrosão de hastes de âncora, nas partes enterradas das torres estaiadas de linhas de transmissão de energia elétrica, e desenvolver parâmetros metodológicos NDT, para as técnicas EIS, DRT e OCP, em conjunto com levantamentos paralelos dos valores de resistividade elétrica do solo, em campo, e de falhas de encapsulamento cimentício no seu entorno, de modo a obter informações seguras acerca da necessidade de sua manutenção.

### 1.2.2 Objetivos específicos

- ✓ investigar a agressividade do solo da LT, ao metal em estudo, pela análise de íons (cloretos, sulfato e nitrato), do pH e da resistividade elétrica e seus efeitos, em termos de concentração, em corpos de prova do material, em laboratório;
- ✓ investigar o mecanismo de corrosão nas hastes de âncora no solo e na pasta de cimento e a influência de seu encapsulamento com e sem falhas de recobrimento;
- ✓ desenvolver uma metodologia de análise de resistividade do solo para aplicação em campo, utilizando a técnica de EIS;
- ✓ investigar as características da estrutura de poros da pasta de cimento por meio da técnica de EIS e da distribuição das constantes de tempo;
- ✓ desenvolver uma metodologia de diagnóstico de falhas no encapsulamento em solos com diferentes resistividades utilizando a técnica de EIS em conjunto com a análise da distribuição das constantes de tempo;
- ✓ detectar o estado de corrosão das hastes de âncora por meio de análises do OCP após a detecção da presença de falhas no encapsulamento;

### 1.3 PRINCIPAIS CONTRIBUIÇÕES DESTA TESE DE DOUTORADO

As principais contribuições científicas desse estudo foram publicadas na forma de artigos em revistas indexadas, resumos e apresentações no formato de pôster que podem ser consultados no Apêndice 1 dessa tese de doutorado.

Em relação às contribuições primárias deste estudo, três etapas metodológicas experimentais, foram desenvolvidas:

- ✓ **análise de resistividade do solo:** desenvolvimento de uma metodologia rápida e precisa para estimar a resistividade do solo em campo, utilizando a técnica de EIS;
- ✓ **detecção das constantes de tempo:** foram identificadas as constantes de tempo relacionadas à estrutura de poros da pasta de cimento por EIS, até então identificadas somente pela técnica de relaxometria de RMN.

- ✓ **metodologia de inspeção NDT:** investigação e desenvolvimento de uma metodologia de inspeção NDT das hastes de âncora de torres estaiadas de LTs, baseada na resistividade elétrica do solo, presença de falhas no encapsulamento cimentício, utilizando a técnica de EIS em conjunto com as análises DRT e OCP.

#### 1.4 ESTRUTURA DA TESE

Esta tese de doutorado está dividida, como segue: no Capítulo 1, como já visualizado, foram apresentados a Introdução e parte dos detalhes relativos à necessidade da investigação e dos métodos de pesquisa propostos. No Capítulo 2, está descrita a fundamentação teórica desse estudo, com o detalhamento dos conceitos utilizados e a revisão da literatura, como os trabalhos mais relevantes sobre o tema. No Capítulo 3, estão descritos os materiais e métodos utilizados para alcançar os resultados, enquanto, no Capítulo 4, foram detalhados e discutidos os resultados obtidos referentes ao estudo do mecanismo de corrosão das hastes de âncora, os resultados do desenvolvimento de um método para avaliar a resistividade do solo em campo e de um método para detectar possíveis falhas no encapsulamento das hastes de âncora, além das análises de diagnóstico da corrosão destas hastes. No Capítulo 5, estão descritas as conclusões desse estudo e, no Capítulo 6, algumas sugestões de trabalhos futuros. No Apêndice 1 estão listadas as publicações resultantes desse estudo, no Apêndice 2 estão presentes as informações referentes a qualidade dos dados das análises de EIS e no Apêndice 3 uma guia para execução do ensaio de resistividade do solo por EIS em campo.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

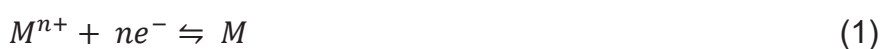
Nesse capítulo, foram abordados os fundamentos e os estudos recentes relacionados à corrosão de materiais metálicos no solo e em meio cimentício, além do efeito da presença de falhas em meio cimentício na cinética e no mecanismo de corrosão. Também, foram abordados estudos relacionados à caracterização da estrutura de poros da pasta de cimento pela técnica de relaxometria de RMN, além dos princípios e estudos relevantes sobre a técnica de EIS e da distribuição das constantes de tempo (DRT) dos dados de EIS.

### 2.1 CORROSÃO E O AMBIENTE

O termo corrosão se refere à degradação do material devido à sua interação com o ambiente e foi definido pela União Internacional de Química Pura e aplicada (IUPAC), como: “Uma reação interfacial irreversível de um material (metal, cerâmica, polímero) com seu ambiente que resulta no seu consumo ou na dissolução de um componente do ambiente. Frequentemente, mas, não necessariamente, a corrosão resulta em efeitos prejudiciais ao uso do material considerado” (TRADUÇÃO NOSSA)<sup>27</sup>.

Na corrosão eletroquímica de metais, ocorre a transferência de elétrons do metal para o ambiente, resultando na sua oxidação. Neste processo, o ambiente pode ser considerado o eletrólito, o qual, possui íons com cargas positivas e negativas, cátions e ânions, respectivamente. Esses íons são responsáveis por transportar a corrente elétrica na corrosão eletroquímica, sendo que a sua concentração está relacionada à condutividade do eletrólito e à diferença de potencial do sistema metal-eletrólito<sup>28</sup>.

O potencial de equilíbrio para uma reação eletroquímica de um metal em solução aquosa, contendo íons desse metal, conforme a Equação 1, pode ser descrita pela Equação 2, conhecida como a Equação de Nernst<sup>28</sup>.



$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \left( \frac{\alpha_M}{a_{M^{n+}}} \right) \quad (2)$$

Na Equação 2, o potencial padrão é  $E^0 = -(\Delta G^0/nF)$ , onde:  $n$ , é o número de elétrons envolvidos na reação;  $R$ , é a constante universal dos gases;  $F$  é a constante de Faraday e  $T$  a temperatura padrão (298 K). Além disso, o metal (substância sólida) tem sua atividade igual a 1 ( $\alpha_M = 1$ ) e, assim, o potencial para a Equação 1, nas condições padrão está diretamente relacionado à concentração do íon metálico.

No caso de um metal ferro com um filme de óxido na sua superfície em solução aquosa (Equação 3), a Equação 2, pode ser reescrita, conforme a Equação 4.



$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \left( \frac{\alpha^2_M \alpha_{H_2O}}{\alpha^2_{MO} \alpha^2_{H^+}} \right) \quad (4)$$

Considerando a atividade dos sólidos (metal e óxidos) e da água (que é o solvente), igual a 1 ( $\alpha = 1$ ), e as condições descritas para a Equação 2, a Equação 4 pode ser escrita para o ferro como segue na Equação 5, onde o potencial é função do pH.

$$E = E^0 - 0,0591 \text{ pH} \quad (5)$$

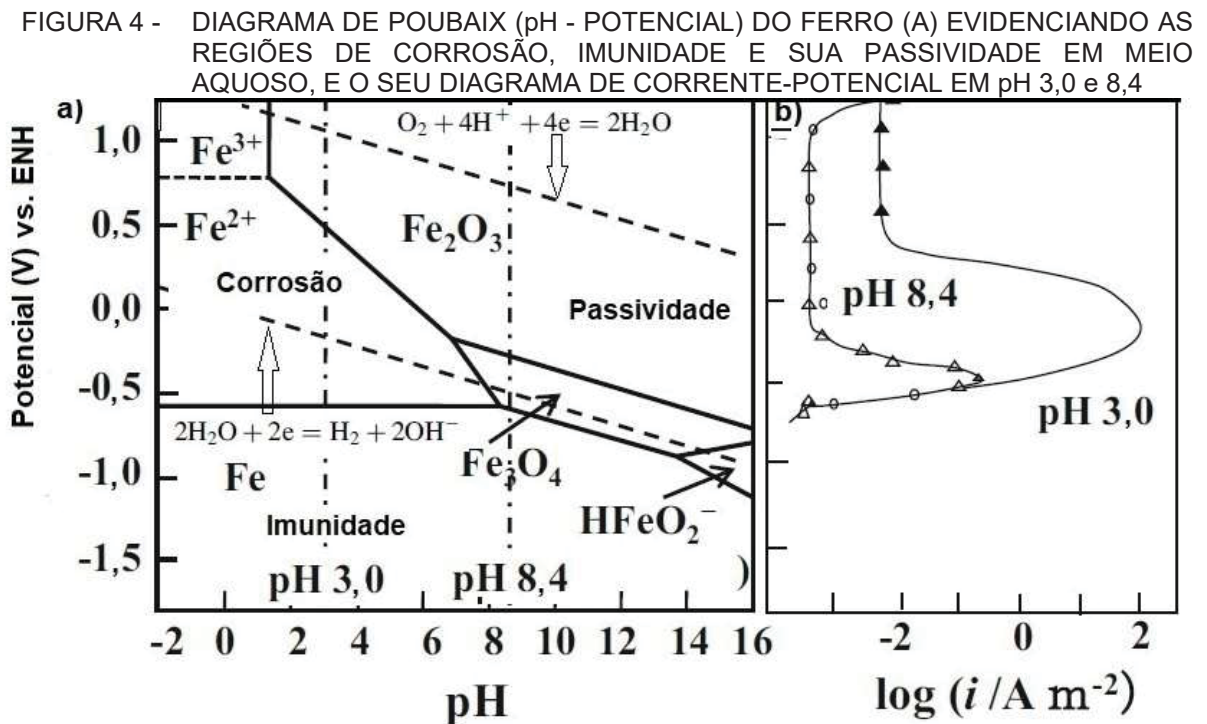
Além da concentração do eletrólito, o pH é outro fator importante na corrosão eletroquímica, pois está relacionado ao equilíbrio das reações de oxidação e redução que participam da formação dos produtos de corrosão<sup>29</sup>.

Do ponto de vista termodinâmico, o diagrama potencial-pH de determinado metal em solução aquosa, conhecido como diagrama de Pourbaix, FIGURA 4A, auxilia na avaliação da suscetibilidade à corrosão em um determinado eletrólito (ambiente), por meio da análise dos valores de diferença de potencial metal-eletrólito versus o eletrodo normal de hidrogênio (ENH) e do pH<sup>28</sup>. Entretanto, na análise desse diagrama não é possível identificar aspectos ligados à cinética de corrosão. Para tal, são necessárias análises que sejam capazes de quantificar a corrente de corrosão por unidade de área para o cálculo de sua taxa de corrosão<sup>6</sup>.

As análises quantitativas de taxa de corrosão estão baseadas na relação de corrente x potencial, FIGURA 4B<sup>28</sup>.

Essas medidas são utilizadas para diversos fins, como monitoramento de taxa de corrosão, ou até mesmo para decidir qual material é o mais adequado para uma

determinada aplicação, ou seja, aquele que possui maior resistência à corrosão e, consequentemente, maior durabilidade nesse ambiente<sup>6</sup>. Assim, por exemplo, para o metal Fe em um meio de pH superior a 8,0, como na pasta de cimento que possui pH entre 12 e 13, o metal estaria fora da região da corrosão, o que ocasionaria a sua passivação com a redução da corrente de corrosão, como mostrado na FIGURA 4B.



FONTE: Adaptado de OHTSUKA et al. (2018)<sup>28</sup>.

Embora, o termo eletrólito esteja normalmente associado às soluções aquosas com sais dissolvidos, diversos estudos em corrosão têm sido conduzidos em sólidos iônicos condutores, chamados de eletrólitos sólidos como, por exemplo, na pasta de cimento, no concreto e no solo<sup>13,30,31,32,33</sup>.

### 2.1.1 Corrosão pelo solo

A ação do solo como meio corrosivo em materiais metálicos depende de suas características, entre elas: aeração, pH, umidade, microrganismos, como as bactérias redutoras de sulfato, condições climáticas, fertilizantes, proximidade do lençol freático, correntes elétricas espúrias provenientes de outras tubulações ou metais enterrados e sob proteção catódica e a qualidade dos revestimentos metálicos. Esse conjunto de



fatores torna difícil a tarefa de determinar com exatidão a causa do processo de corrosão<sup>34</sup>.

Os solos são geralmente classificados por meio da distribuição do tamanho das suas partículas. As maiores, com tamanho entre 0,070 e 2,000 mm, são denominadas de areia, as intermediárias entre 0,005 e 0,070 mm, de silte, e aquelas com tamanho menor que 0,005 mm, as argilas. Um solo argiloso é aquele onde ocorre a predominância de partículas de argila na sua composição granulométrica e, assim, sucessivamente. O tamanho das partículas impõe uma certa quantidade de poros (espaços vazios) na estrutura do solo, sendo que estes geralmente são preenchidos com água e/ou ar<sup>34</sup>, pode ter matéria-orgânica e são dependentes do grau de compactação, entre outros fatores<sup>35,36,37</sup>. Desta forma, a estrutura de poros pode estar composta pelos macroporos com dimensão maior que 50 nm, mesoporos com dimensão entre 2 e 50 nm e pelos microporos, com dimensões menores que 2 nm. Os poros interconectados (macroporos) podem definir os processos de aeração e de drenagem do solo, enquanto os poros não-conectados (mesoporos) são responsáveis, entre outras funções, pelo armazenamento de água e de nutrientes<sup>38,39</sup>.

Conforme reportado por Pituello et al. (2020)<sup>36</sup>, os solos arenosos e siltosos têm quantidades reduzidas de microporos, que são formados principalmente em solos argilosos com partículas menores. Resultados semelhantes foram obtidos por Tian et al. (2019)<sup>40</sup>, que sugeriram a relação entre as alterações na sua microestrutura e no teor de areia, por meio da técnica de relaxometria de RMN, onde as constantes de tempo e longitudinal ( $T_1$ ) e transversal ( $T_2$ ) foram obtidas. Os valores de  $T_2$  de 0,03-0,8 ms, 0,8-20 ms e 20-100 ms foram relacionados com os microporos, mesoporos e macroporos, respectivamente<sup>40</sup>.

A importância do levantamento da estrutura de poros para os materiais principalmente os metálicos enterrados no solo, tem sua efetivação no princípio da aeração diferencial em corrosão eletroquímica, sendo que os solos argilosos são considerados os menos aerados do que os de calcários ou arenosos<sup>32</sup>.

Outro parâmetro importante no processo de corrosão é a resistência do solo à passagem de corrente elétrica, sendo um indicador da sua agressividade, pois geralmente está relacionada com a sua composição, umidade e teor de sais dissolvidos. Essa resistência pode ser definida pela Equação 6.

$$R = \rho \frac{d}{A} \quad (6)$$

Onde,  $\rho$  é a resistividade elétrica do solo,  $d$  é a distância entre os eletrodos e  $A$  é a área da superfície do eletrodo. Quando a área do eletrodo é igual a  $1 \text{ cm}^2$  e a distância entre eles é igual a  $1 \text{ cm}$ , a resistência elétrica é chamada de resistência elétrica específica, mais conhecida como resistividade elétrica ( $\rho$ ). Os termos resistência e resistividade, elétricas, muitas vezes utilizados de forma análoga, são diferentes, uma vez que a sua relação envolve a distância entre os eletrodos e a sua geometria<sup>41</sup>.

A agressividade do solo, em relação ao processo de corrosão, também chamada de corrosividade, em estruturas metálicas pode ser determinada pela medida da resistividade elétrica, do pH, das diferenças de potenciais em relação ao material utilizado, entre outras variáveis. Quanto menor a sua resistividade elétrica (ou, maior a condutividade), mais intenso será o processo corrosivo, devido, principalmente, ao transporte de íons no meio. A presença de íons como cloretos e sulfatos influencia na resistividade do solo e, também, acelera o processo corrosivo<sup>42</sup>.

Em sistemas não expostos, onde o metal está envolto na pasta de concreto ou cimento, os íons tendem a penetrar através de espaços vazios, poros ou meios condutores, em meio aquoso, até a superfície metálica<sup>43</sup>.

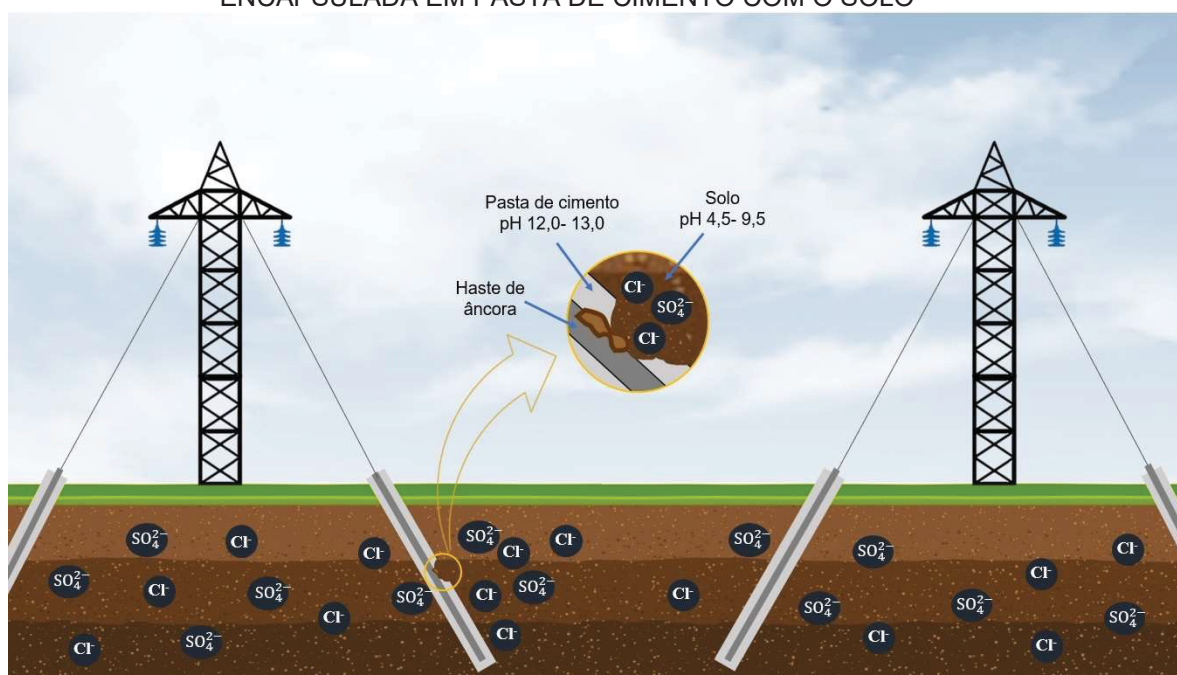
Todavia, a influência da agressividade do solo pode ser mais facilmente notada quando ocorrem falhas nos processos construtivos, deixando o metal em contato direto com o solo. Nesse caso, ocorre a formação de uma célula de concentração, semelhante à aeração diferencial, pois o metal está em contato com dois ambientes diferentes. Na FIGURA 5, está ilustrada, esquematicamente, a falha do encapsulamento no sistema de ancoragem de uma torre de transmissão de energia elétrica estaiada, com a formação de célula eletroquímica de concentração, devido ao contato do metal com o solo e a pasta de cimento, com diferentes pHs e concentrações iônicas.

Quando a mesma barra de aço está exposta a diferentes eletrólitos, no caso de falhas no encapsulamento (pasta de cimento e solo), com a separação da área anódica e catódica, a célula de corrosão é chamada de macrocélula. Já, quando as áreas anódicas e catódicas são adjacentes no mesmo eletrólito, essa célula de corrosão é chamada de microcélula<sup>44</sup>.

A influência do teor de umidade e de oxigênio dissolvido no solo pode ser acompanhada por medidas de voltametria e EIS ao redor do OCP<sup>45</sup>. Por meio dos resultados desse estudo foi constatada a formação de células de aeração diferencial

devido a ciclos de molhagem e secagem do solo. Na formação dessas células, ocorreu uma redução da área ativa na superfície do metal, o que levou a taxas de corrosão localizadas na faixa de 1,5 mm/ano. Além disso, foram observadas alterações permanentes na matriz do solo devido aos processos de secagem e molhagem, como fissuras que foram consideradas influentes no transporte do oxigênio.

FIGURA 5 - ILUSTRAÇÃO DA FORMAÇÃO DE UMA CÉLULA ELETROQUÍMICA DE CONCENTRAÇÃO DEVIDO AO CONTATO DA HASTE DE ÂNCORA ENCAPSULADA EM PASTA DE CIMENTO COM O SOLO



FONTE: O autor (2020).

Análises de cupons de aço carbono X70 enterrados em solos com 25% de saturação e saturados com água, permitiram relacionar a resistência elétrica do solo obtida por EIS em altas frequências (10 kHz) com a taxa de corrosão e a sua dependência da área ativa do metal<sup>46</sup>. Segundo os autores, no solo saturado os poros foram totalmente preenchidos com o eletrólito, o que levou a redução da taxa de corrosão e o aumento da área ativa do metal. Já, no solo com 25% de saturação o transporte de oxigênio se deu principalmente nos poros parcialmente preenchidos com o eletrólito, o que ocasionou o aumento da taxa de corrosão, que ocorreu de maneira localizada devido a redução da área ativa na superfície<sup>46</sup>.

A corrosão do sistema de ancoragem de torres estaiadas de linhas de transmissão (LT) de energia elétrica foi também investigada em uma LT no Nordeste Brasileiro em 45 hastes de âncora por meio da técnica de RIMT<sup>®2</sup>. Por meio dos

resultados ficou evidenciado que 41 unidades apresentavam algum tipo de corrosão classificada segundo a técnica como grau de corrosão 2 (em uma classificação de 1 até 6, onde 1 o material não tem corrosão e 6 está com corrosão severa com perda de seção transversal). Tal constatação foi devida, segundo os autores, à formação de uma camada de óxido de ferro na superfície do metal. Além disso, 40 hastes (95%) tinham mais do que um grau de anomalia, identificado pela técnica. No entanto, os resultados não foram conclusivos, pois os dados de inspeção visual que comprovariam os resultados da técnica de RIMT®, não foram divulgados.

Em um outro estudo<sup>33</sup>, foi desenvolvido um método para a detecção da corrosão do sistema de aterramento elétrico de torres de LT em solos com diferentes resistividades elétricas, baseado na determinação da resistência do aterramento de um solo referência com resistividade conhecida e medida em dois pontos da extensão horizontal do eletrodo de aterramento. Os autores reportaram que foi possível eliminar a influência da resistividade elétrica na avaliação do estado de corrosão do eletrodo de aterramento, o que permitiu a sua aplicação em diferentes tipos de solo. Esse método foi considerado de elevada acurácia, o que segundo os autores pode economizar recursos humanos e financeiros além de garantir a estabilidade e continuidade operacional de sistemas elétricos.

Um caso similar ao das hastes de LT (material enterrado), foi investigado quanto à falha pelo processo de corrosão. O objeto de estudo foi um poste de iluminação de aço galvanizado, em uma região da Índia. A falha ocorreu cinco anos após a sua instalação, a qual havia uma expectativa de vida útil em serviço de 25 anos. Neste caso, foi constatado que a falha prematura dessa estrutura foi consequência da corrosão em sua base. Esse processo foi ocasionado pela formação de uma célula de concentração de oxigênio em uma região com acúmulo de lama na base do poste o que causou o rápido consumo da camada de zinco e do aço, levando à sua queda após uma tempestade<sup>47</sup>.

Uma rede neural artificial com três camadas foi utilizada para simular o comportamento em relação à corrosão de pés de torres de LT<sup>48</sup>. Foram inseridos os valores de OCP, resistência à polarização linear, e resistividade elétrica do solo como dados de entrada para a simulação. Os ensaios de resistência à polarização foram realizados com um potenciostato/galvanostato, porém, os autores não citaram a área da estrutura exposta nos ensaios. Já, os ensaios de resistividade dos solos foram realizados pelo método de campo com 4 eletrodos, conhecido como método de

Wenner. Os solos foram classificados segundo a sua resistividade como muito corrosivos (abaixo de 10  $\Omega$ ), corrosivos (entre 10-100  $\Omega$ .m) e pouco corrosivos (entre 100-1000  $\Omega$ .m). Baseado nos resultados desse estudo foi criado um critério de avaliação com 5 graus de corrosão na estrutura, variando do estado excelente ao inaceitável. Além disso, o OCP foi considerado o parâmetro com maior influência para o cálculo do grau de corrosão dos pés de torre<sup>48</sup>.

Adada et al. (2020)<sup>49</sup> utilizaram uma rede neural artificial (RNA) para classificar o grau de corrosão de hastes de âncora de torres estaiadas de LT. Os autores substituíram o teor de íons cloreto e sulfato pela resistividade elétrica do solo, como parâmetro de entrada na RNA e, com isso, alcançaram correlações na ordem 95%, superior aos 80% obtidos quando o teor de íons foi utilizado<sup>49</sup>. Além do aumento da correlação, a utilização da resistividade elétrica como parâmetro de entrada permitiu ao usuário obter dados diretamente em campo<sup>49</sup>.

### 2.1.2 Corrosão do aço em estruturas encapsuladas em cimento

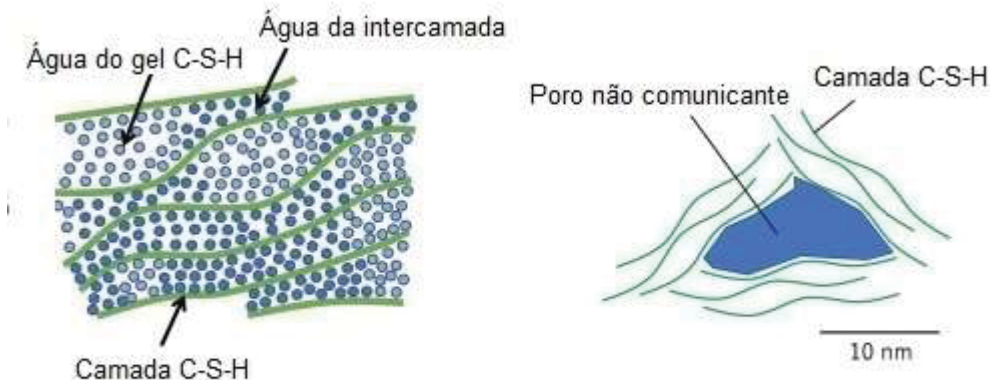
Estruturas em concreto armado são projetadas para terem vida útil, em muitos casos, acima de 50 anos. Essa projeção ocorre, principalmente, devido à barreira física que o concreto proporciona ao aço, além do pH elevado (12-13) que ocasiona a sua passivação, como indicado no diagrama de Poubaix (FIGURA 4A), e a taxas de corrosão muito pequenas (na ordem de  $\mu\text{m}/\text{ano}$ ) que podem ser negligenciadas a curto prazo<sup>44</sup>.

Embora, o concreto e a pasta de cimento sejam considerados barreiras físicas para o aço, a sua microestrutura é porosa e permite a difusão de íons por meio dos poros interconectados. Essa difusão geralmente é lenta e depende do teor de umidade do ambiente, da quantidade e volume dos poros, estes dois últimos fatores relacionados aos processos de hidratação do cimento além da relação água/cimento (a/c) utilizada na preparação do concreto ou pasta de cimento<sup>44</sup>.

A microestrutura da pasta de cimento é composta por poros capilares de maior dimensão (>50 nm), poros não-comunicantes de dimensão intermediária (mesoporos), e poros menores presentes no gel de silicato cálcio hidratado (C-S-H). A dimensão dos mesoporos pode variar conforme o grau de hidratação da pasta de cimento<sup>50</sup>, contudo valores entre 12 e 50 nm foram reportados por Ming et al. (2012)<sup>51</sup>.

No processo de hidratação da pasta de cimento são formadas camadas de C-S-H pelo mecanismo de dissolução/precipitação do cimento com a água, ocasionando o surgimento do espaço intercamadas, onde fica contido o gel C-S-H e grande parte da água de hidratação, conforme ilustração da FIGURA 6<sup>50</sup>. Os poros presentes no gel de C-S-H têm dimensões menores do que 12 nm<sup>51</sup>.

FIGURA 6 - ILUSTRAÇÃO DA MICROESTRUTURA DA PASTA DE CIMENTO COM A ÁGUA DO GEL C-S-H (AZUL CLARO) E A ÁGUA DE HIDRATAÇÃO DA INTERCAMADA (AZUL ESCURO) E DO PORO NÃO-COMUNICANTE



**Umidade Relativa >95%**

FONTE: Adaptado de MARUYAMA et al (2019)<sup>50</sup>.

Com o passar dos anos, alguns tipos de reações do concreto/pasta de cimento Portland com o ambiente podem provocar alterações nas características do material, como a redução do pH e o aparecimento de trincas e/ou fissuras, que facilitam o ingresso de agentes agressivos, e podem levar à redução da sua durabilidade<sup>52</sup>.

Como casos típicos destas reações paralelas que alteram as características, principalmente, físicas dos produtos cimentícios com ligantes hidráulicos do tipo Portland, são as reações dos álcalis do concreto (principalmente, o hidróxido de cálcio) com o dióxido de carbono do ar e, mesmo, com os agregados potencialmente reativos, conhecidas como reações de carbonatação, em consequência da formação do carbonato do cálcio e a álcali-agregado ou álcali-sílica (RAA ou RAS), respectivamente. Nestes casos, como comentado anteriormente, ocorre a formação de subprodutos ou sais que ocasionam além de tensões trativas internas ao meio, microtrincas, expansões, e a redução de pH de alcalino para neutro, modificando as características superficiais do aço da região de passividade em pH 12-13 para a região da corrosão em pH 7-8, conforme o diagrama de Pourbaix, FIGURA 4A<sup>14</sup>.



As reações de compostos do cimento RAA ou RAS, pelas microtrincas e o gel mais poroso gerados (gel gretado) e que, normalmente, ocupam grande parte do volume e também se estendem até a superfície da estrutura, facilitam a entrada e a difusão de agentes agressivos que podem aumentar a taxa de corrosão, ocasionando até mesmo o colapso da estrutura<sup>53</sup>.

A influência do tamanho das trincas/fissuras na taxa de corrosão do aço no concreto foi avaliada por Du et al. (2020)<sup>54</sup>, que reportaram a taxa de corrosão de 0,11  $\mu\text{m}/\text{ano}$  em um concreto armado contendo uma fissura volumétrica de 0,10 mm de largura, e de 0,98  $\mu\text{m}/\text{ano}$  para uma fissura de 1,00 mm de largura em ambiente marinho. Além disso, observaram os autores que foram necessários 700 e 460 dias para corroer o aço com fissuras de 0,10 e 0,30 mm no concreto, ressaltando que as fissuras de 0,30 mm de espessura foram consideradas críticas para a durabilidade do aço encapsulado em concreto.

Uddin e Shaikh (2018)<sup>55</sup>, também verificaram os efeitos das fissuras na corrosão do aço no concreto destacando haver uma correlação entre a corrente de corrosão e as fissuras de 0,3 mm. Entretanto, para fissuras maiores os resultados foram discordantes, e não foram comentados sobre tais ocorrências, no entanto, tais dimensões podem ter menos efeito de difusão capilar, mais reagentes para capturar o íon agressivo (como pela formação do sal de Friedel, capturando o íon cloreto disponível) e ter mais poros não-comunicantes<sup>55</sup>.

Outro aspecto relacionado ao início da corrosão em meio cimentício devido a trincas/fissuras é o fato de os produtos de corrosão ocuparem um volume geralmente 2-4 vezes maior do que o volume do ferro presente no aço. Isso leva a tensões internas no meio cimentício e deslocamentos da cobertura deixando a barra da armadura parcial ou totalmente exposta ao meio, ocasionando, assim, a formação de uma célula de corrosão<sup>44</sup>.

Em um estudo sobre a distribuição das correntes de corrosão nas macrocélulas e microcélulas em concreto exposto a ambiente com íons cloretos, foi constatado que ambas contribuem para a taxa de corrosão e devem ser consideradas para que a vida útil de um material não seja subestimada<sup>56</sup>. Em trabalho similar, Sohail et al. (2020)<sup>57</sup>, evidenciaram que a corrente de macrocélulas de corrosão em aços carbonos de alta resistência mecânica foi, aproximadamente, três vezes superior à observada no aço carbono comum<sup>57</sup>.

Cai, Zhang e Yu (2020)<sup>58</sup> constataram que o tamanho do defeito na interface aço/concreto afetou significativamente o período para o início da corrosão das barras de aço<sup>58</sup>. Em outro estudo, Berrocal et al. (2015)<sup>59</sup>, mostraram que o aumento da largura das falhas ou fissuras no concreto está relacionado à redução no período para o início da corrosão no aço<sup>59</sup>.

Além desses fenômenos, denominados de manifestações patológicas na área da construção civil, falhas no processo construtivo, e a utilização de insumos contaminados, com sais dissolvidos na preparação do concreto, podem influenciar tanto no início da corrosão, como na velocidade de propagação desse processo que contribui para a redução da vida útil em serviço dessas estruturas<sup>44</sup>.

### 2.1.3 Aços estruturais em ambientes corrosivos

Aços carbonos de elevada resistência mecânica geralmente são utilizados em estruturas que demandam elevadas solicitações como o sistema de ancoragem de torres estaiadas de LTs<sup>7</sup>. Para atender as resistências mecânicas elevadas de alguns projetos estruturais é comum a adição de elementos de liga, como o manganês, e tratamentos térmicos como reportado por Krishnadev et al. (2008)<sup>7</sup>, que observaram a presença de altos teores de manganês e silício no aço AISI 1070 utilizado na produção de hastes de âncora.

Outra maneira de modificar as propriedades dos materiais metálicos, como por exemplo a resistência mecânica, seria por meio de modificações na sua microestrutura, como o encruamento<sup>60</sup>. Entretanto, essas modificações muitas vezes alteram as propriedades de resistência à corrosão do metal. Nesse sentido, em um recente estudo foi investigada a dissolução anódica do ferro do aço carbono em meio ácido e sua orientação cristalográfica por difração de elétrons retroespalhados, (*electron backscatter diffraction*) EBSD. Foi identificado que os planos (100) tinham maior suscetibilidade à corrosão seguido dos planos (111) e (101)<sup>61</sup>.

Uma das estratégias mais utilizadas para reduzir ou retardar a corrosão em materiais metálicos é a aplicação de medidas de proteção como a galvanização. Nesse caso o zinco que possui potencial menor do que o aço, atua como um sistema de proteção catódica, sendo dissolvido preferencialmente, além de atuar como uma barreira física para os agentes agressivos<sup>44</sup>.



A galvanização por imersão a quente, pela qual o aço, após um processo de limpeza, é imerso em um banho de zinco fundido a uma temperatura de, aproximadamente, 450 °C, é um dos processos mais utilizados<sup>5</sup>. A reação do zinco fundido com o aço, produz um revestimento com múltiplas camadas metalurgicamente ligadas<sup>5</sup>.

Os efeitos da presença dos ânions cloreto e sulfato na formação dos subprodutos e na taxa de corrosão do aço carbono foram temas de outra investigação que foi conduzida em soluções aquosas com detecção dos óxidos por espectroscopia Raman<sup>62</sup>. Por meio da avaliação dos resultados os autores indicaram que os ânions cloreto e sulfato atuaram como uma espécie de catalisador na formação da lepidocrocita ( $\gamma$ -FeOOH), e que os oxi-hidróxidos de ferro (FeOOH) podem ter sido convertidos em magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) em ambientes com pouca disponibilidade de oxigênio. Segundo os autores, a redução na taxa de corrosão com o tempo foi causada pelo aumento da camada densa e compacta de FeOOH na superfície do aço carbono. Além disso, oxi-hidróxidos de ferro (FeOOH) como a  $\gamma$ -FeOOH foram encontrados na camada mais externa dos produtos de corrosão<sup>62</sup>.

Em experimento conduzido em paralelo, os autores expuseram uma amostra ao ar e identificaram a presença de goetita ( $\alpha$ -FeOOH), hematita ( $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), lepidocrocita ( $\gamma$ -FeOOH) e magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nos produtos de corrosão<sup>62</sup>.

Morcillo et al. (2016)<sup>63</sup>, estudaram as características morfológicas e de fases minerais dos produtos de corrosão em ambiente marinho, por meio das técnicas de espectroscopia Raman, DRX e MEV. Os autores identificaram que a lepidocrocita estava presente na face mais externa dos produtos de corrosão, independentemente da taxa de deposição de íons cloreto, e que a magnetita foi localizada preferencialmente nas partes mais internas dos produtos de corrosão. Além disso, foi identificado que a lepidocrocita tinha basicamente duas características morfológicas: globular e laminar, sendo esta última encontrada em diversos formatos.

O efeito da presença de íons cloreto na cinética e na formação dos produtos de corrosão foi reportado por Song et al. (2017)<sup>64</sup>, indicando que a presença de íons cloreto afetou a sua composição. Em amostras com as maiores concentrações de íon cloreto analisadas nesse estudo, foi encontrado majoritariamente  $\gamma$ -FeOOH, enquanto nas concentrações mais baixas ocorreu a predominância de  $\alpha$ -FeOOH.

O comportamento eletroquímico do aço API X70 utilizado em oleodutos foi analisado por EIS em areias com salinidade (1,5% NaCl). Por meio dos resultados, foi

sugerido que os íons penetraram nos produtos de corrosão por meio de falhas e ocasionaram a presença da capacitância observada nos diagramas no plano complexo. Tais resultados, foram corroborados pelas análises químicas elementares semiquantitativas realizadas em microsonda analítica acoplada ao MEV<sup>65</sup>.

Por meio de análises de caracterização dos produtos de corrosão Karthick et al. (2020)<sup>66</sup> propuseram o mecanismo de corrosão para barras de aço carbono e de ferro galvanizado enterradas em solo argilosos. Os autores identificaram que a formação dos produtos de corrosão foi influenciada pela agressividade do solo com características ácidas (pH 2,07) e elevado conteúdo de sulfato (7,02%), além da baixa resistividade elétrica (1,35  $\Omega.m$ )<sup>66</sup>.

## 2.2 ESTRUTURA DE POROS DE COMPOSTOS CIMENTÍCIOS POR RELAXOMETRIA DE RMN

A relaxometria de ressonância magnética nuclear (RMN) de prótons é uma técnica muito utilizada para obter informações de materiais porosos, como a pasta de cimento por exemplo. Pela análise dos tempos de relaxação longitudinal ( $T_1$ ) e transversal ( $T_2$ ) da fração líquida no interior dos poros é possível obter informações sobre o seu tamanho, distribuição e conectividade<sup>51,67</sup>.

A relação entre  $T_2$  e a dimensão dos poros de materiais cimentícios modificados foi investigada por RMN de baixo campo durante os 100 primeiros dias de hidratação da pasta de cimento. Nesse estudo, foi identificado que: i) as constantes de tempo  $>1,042$  ms estiveram relacionadas a poros capilares com diâmetro  $>50$  nm; ii) os tempos de relaxação entre 1,042 e 0,208 ms foram relacionados aos mesoporos (poros não comunicantes) com diâmetro entre 50-12 nm; e iii) as constantes de tempo de relaxação  $<0,25$  ms, à água presente no poros do gel C-S-H com diâmetro menor que 12 nm<sup>51</sup>.

Kowalczyk, Gajewicz e McDonald, (2014)<sup>67</sup>, estudaram o mecanismo de troca da água-isopropanol em pasta de cimento pela técnica de relaxometria de RMN. Os autores identificaram na pasta de cimento do tipo Portland, que as constantes de tempo de relaxação de 0,01 ms estavam relacionadas a uma estrutura sólida da matriz cimentícia; de 0,09 ms relacionados à água presente nas intercamadas de C-S-H; de 0,3 ms, à água dos poros do gel C-S-H; de 1,5 ms, à água dos poros não-

comunicantes; e que as constantes de tempo acima 1,5 ms foram relacionados à água nos poros capilares<sup>67</sup>.

A transferência de água entre a pasta de cimento e um meio poroso por meio da avaliação dos tempos de relaxação longitudinais ( $T_1$ ) obtidos por RMN nas primeiras horas de hidratação, foi constatada a partir de uma constante de tempo de relaxação de intensidades entre 10 e 100 ms e outras com intensidades menores entre 100 e 1000 ms em uma análise realizada 30 min após a preparação da pasta de cimento<sup>22</sup>. Já, a partir de 18 h após a sua preparação foram observadas alterações em relação ao estado inicial (30 min), ocorrendo um deslocamento das constantes de tempo atribuídas ao processo de hidratação e de distribuição da água nas diferentes fases da pasta de cimento. Nesse caso, dois picos foram atribuídos à água na estrutura de poros, sendo o primeiro, de maior intensidade e mais deformado, entre 0,1-5 ms, e, o segundo, de menor intensidade, entre 5-50 ms. Já, as constantes de tempo entre 100 e 1000 ms foram relacionadas à água presente no porta-amostra utilizado no ensaio.

A técnica de relaxometria de RMN foi também utilizada em estudo sobre a evolução microestrutural da pasta de cimento durante o processo de hidratação dos compostos cimentícios em diferentes umidades. Nessa pesquisa, os autores realizaram a correlação da quantidade de água evaporável, com as constantes de tempo. Foram encontradas maiores quantidades de água nas intercamadas de C-S-H em todas as faixas de umidade analisadas (>95%, 95-40%, 40-11%) mesmo após 56 dias de hidratação. Já, a água presente nos poros não-comunicantes foi encontrada apenas nas primeiras horas de hidratação<sup>50</sup>.

Em relação às constantes de tempo, Maruyama et al. (2019)<sup>50</sup>, observaram a ocorrência de alguns deslocamentos dos picos no espectro dos tempos de relaxação transversal ( $T_2$ ) durante o processo de hidratação. Segundo os autores, essas variações foram observadas devido à distribuição da água nas diferentes etapas do processo de hidratação da pasta de cimento. No entanto, constantes de tempo entre 0,1 e 1,0 ms, atribuídas à presença de água nas intercamadas e no gel de poros foram encontradas em todas as faixas de umidade testadas, desde as primeiras horas até os 56 dias.

Li et al. (2012)<sup>21</sup>, avaliaram o processo de hidratação de pastas de cimento modificadas utilizadas no processo de vedação de minas de carvão na China por relaxometria de RMN, identificando quatro picos no espectro de tempos de relaxação,

sendo que o primeiro, entre 0,8 e 5,0 ms, foi relacionado à água ligada ao processo de floculação da pasta de cimento. Esse pico foi considerado o mais estável, pois teve menores alterações durante o processo de hidratação. O segundo e o terceiro picos, localizados entre 10 e 50 ms, foram relacionados à água entre as camadas de floculação foram considerados menos estáveis devido a uma superposição em alguns estágios do processo de hidratação. O último pico (1000-5000 ms) foi relacionado à água livre na estrutura. Por intermédio deste estudo, os autores conseguiram identificar, por meio da análise dos tempos de relaxação, as fases dos processos de hidratação das pastas de cimento modificadas com agentes redutores. Esse fato permitiu selecionar o melhor modificador e o ponto em que o processo de hidratação estava no estado quase-estacionário (a partir de 12 h), garantindo assim uma boa vedação na extração de gás metano das minas de carvão<sup>21</sup>.

### 2.3 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS E DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO POR EIS

As análises eletroquímicas são de fundamental importância no estudo da durabilidade e de previsão de vida útil dos materiais, seja pela análise da taxa de corrosão, do comportamento do material em relação à corrosividade do ambiente ou também na avaliação do desempenho de revestimentos, como, por exemplo, tintas e galvanização. Uma vantagem das técnicas eletroquímicas em relação à tradicional análise de perda de massa é a capacidade de se obter a suscetibilidade à corrosão do material em poucos minutos, sendo possibilitada a estimativa da taxa de corrosão por meio da relação entre potencial ( $E$ ) e a corrente ( $i$ )<sup>6</sup>.

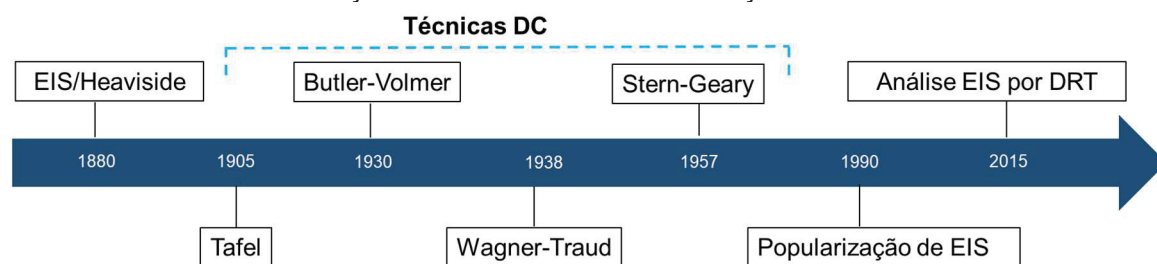
Nas medidas eletroquímicas é possível obter o valor da resistência à polarização ( $R_p$ ). Quanto maior a resistência à polarização de um material, menor a taxa de corrosão, pois essa é inversamente proporcional a  $I_{corr}$ <sup>6,44</sup>.

As técnicas eletroquímicas podem ser divididas naquelas onde o estímulo e/ou a resposta é obtida na forma de uma corrente contínua (*direct current*, DC)), como a polarização linear, a extrapolação de Tafel e as medidas de OCP e naquelas na forma de corrente alternada (*alternating current*, AC), como a EIS<sup>6</sup>.

Na FIGURA 7, é possível visualizar a linha cronológica desde a criação da técnica de EIS por Oliver Heaviside em 1880, até o início da sua popularização por volta de 1990 e a análise por DRT em meados de 2015. Além disso, é possível

visualizar os principais nomes ligados às contribuições científicas na avaliação de taxa de corrosão utilizando, principalmente, as técnicas DC. Estas, se iniciaram com as descobertas da relação corrente versus potencial utilizadas na oxidação de compostos orgânicos pelo químico Julius Tafel em 1905 e foram posteriormente desenvolvidas, matematicamente e experimentalmente, por Butler-Volmer, Wagner-Traud e Stern-Geary<sup>68</sup>.

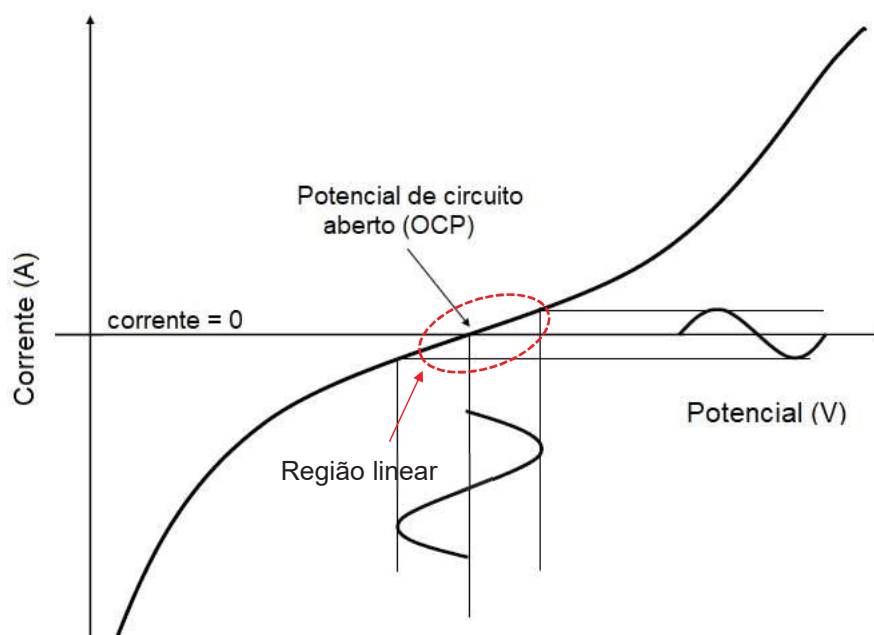
FIGURA 7 - ILUSTRAÇÃO DA LINHA CRONOLÓGICA DA TÉCNICA DE EIS E DAS CONTRIBUIÇÕES CIENTÍFICAS NA AVALIAÇÃO DE TAXA DE CORROSÃO



FONTE: O autor (2020).

Na FIGURA 8, é possível visualizar uma ilustração de uma análise de EIS realizada na região linear da curva corrente-potencial, ou seja, próxima ao OCP.

FIGURA 8 - ILUSTRAÇÃO DE UMA ANÁLISE DE EIS REALIZADA EM OCP NA REGIÃO LINEAR DA CURVA CORRENTE VERSUS POTENCIAL



FONTE: Adaptado de BARSOUKOV; MACDONALD (2005)<sup>69</sup>.

Essas técnicas também podem ser classificadas como destrutivas e não-destrutivas devido aos valores de sobrepotenciais ou correntes aplicadas (modo de

controle potencioestático ou galvanostático, respectivamente). As técnicas consideradas destrutivas são aquelas onde são utilizados valores de sobrepotenciais acima da região linear da curva corrente vs. potencial (geralmente acima de 30 mV) e devido a isso causam alterações na superfície do material analisado<sup>6,69</sup>.

### 2.3.1 Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)

A EIS é utilizada na caracterização das propriedades elétricas de materiais e de suas interfaces<sup>23,69</sup>.

Em procedimentos experimentais essa técnica está baseada na aplicação de uma perturbação AC de baixa amplitude, na forma de corrente ou potencial, em determinada frequência. Em sistemas lineares ou pseudolineares a resposta em corrente à uma perturbação senoidal na forma de potencial em determinada frequência, é uma onda senoidal de mesma frequência, porém modificada em fase. Essa diferença na fase é devida principalmente aos componentes resistivos, capacitivos e indutivos presentes no material. Sendo assim, a impedância do sistema pode ser interpretada como à resistência conjunta desses componentes à passagem da corrente elétrica<sup>41</sup>.

O fluxo da corrente elétrica pelo sistema eletroquímico depende da resistência ôhmica dos eletrodos, do eletrólito e das reações na interface eletrodo-eletrólito. Devido a isso, ocorre a resistência à passagem da corrente pelos componentes resistivos, e o armazenamento de corrente pelos componentes capacitivos presentes no sistema analisado. Além disso, ainda é possível observar a presença de componentes indutivos em alguns materiais<sup>69</sup>.

A base da EIS é a realização de várias medidas de impedância em uma determinada faixa de frequência. Assim, é possível obter informações sobre os processos cinéticos que ocorrem na interface eletrodo/eletrólito, e investigar as principais alterações dos parâmetros físico-químicos do material<sup>23,41</sup>.

Por meio dos resultados da EIS é possível obter informações sobre o sistema eletroquímico estudado, onde cada intervalo pode ser interpretado como uma etapa do processo eletroquímico<sup>69</sup>.

A análise de EIS está, geralmente, baseada no estudo dos diagramas no plano complexo (relação das partes real e imaginária da impedância) e de Bode (que relaciona o módulo da impedância e o ângulo de fase com a frequência)<sup>69</sup>.

Na FIGURA 9, está ilustrada a relação do módulo da impedância e do ângulo de fase, com os eixos de impedância real e imaginária em um diagrama no plano complexo de um sistema, simulando uma amostra com um resistor e um capacitor em paralelo.

Apesar dos diagramas da relação das partes real e imaginária da impedância serem frequentemente chamados diagramas ou gráficos de Nyquist, Evgenij Barsoukov e J. Ross Macdonald (2005)<sup>69</sup> consideraram o termo impróprio, uma vez que os diagramas de Nyquist são obtidos por funções de transferência de 3 ou 4 terminais enquanto os diagramas de impedância envolvem apenas 2 terminais<sup>23,69</sup>. Além disso, Andrzej Lasia (2014)<sup>23</sup> citou que embora o termo diagrama de Nyquist seja frequentemente utilizado na literatura da área de eletroquímica, essa utilização não é precisa, pois estes são utilizados para acessar a estabilidade de sistemas com feedback<sup>23</sup>.

A impedância de um sistema é determinada, basicamente, pela interação da corrente elétrica com o sistema analisado, incluindo eletrólito, eletrodos e cabos utilizados na medição. A corrente elétrica passa através desse sistema pelo caminho de menor resistência, ou seja, o caminho de menor impedância. Para ilustrar esse conceito, é muito comum a utilização de circuitos elétricos, como no caso da FIGURA 9, que ilustra o diagrama no plano complexo de uma análise de EIS para um circuito composto de um resistor e um capacitor em paralelo<sup>41</sup>.

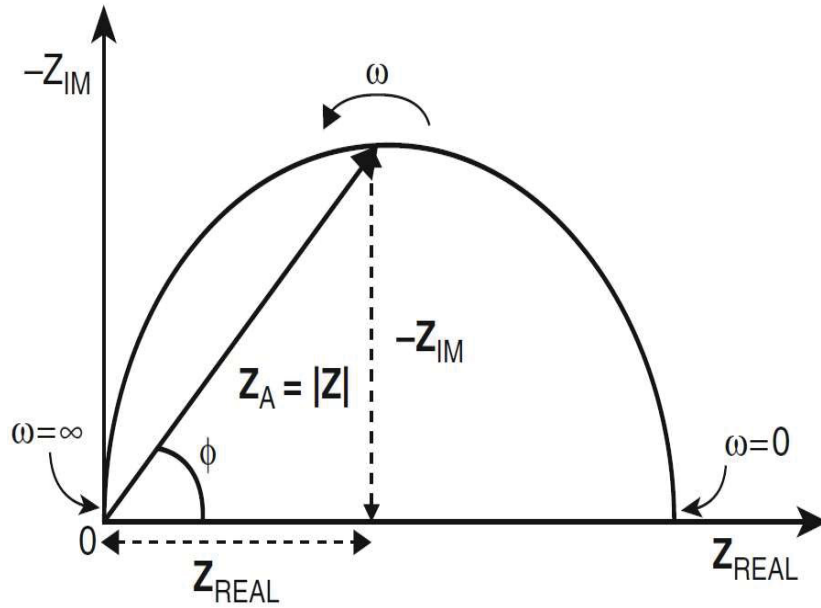
Em consideração ao exemplo da FIGURA 9, em altas frequências a corrente alternada circula principalmente pelo capacitor (C), pois a reatância capacitiva de um capacitor é inversamente proporcional à frequência, ou seja, neste caso, o caminho de menor impedância, ou de menor oposição à passagem da corrente, é através do capacitor, e não pelo resistor (R), que tem o valor da sua impedância igual a sua resistência, sendo assim, a impedância do resistor independente da frequência aplicada. Com a redução da frequência a reatância do capacitor começa a aumentar e a corrente começa a fluir pelo resistor que se torna gradativamente o caminho de menor impedância<sup>41,70</sup>. No ponto máximo da parte imaginária no diagrama no plano complexo, ocorre a mudança no mecanismo de condução do circuito RC. A frequência angular ( $\omega$ ) onde isso acontece é chamada de frequência de relaxação ( $\omega_c$ ) e o seu inverso é chamado de constante de tempo de relaxação, ou constante de tempo ( $\tau$ ) que pode ser calculado pela Equação 7<sup>41</sup>.



$$\omega_c = \frac{1}{RC} = \frac{1}{\tau} \quad (7)$$

Onde, R e C, representam a resistência e a capacitância do resistor e do capacitor, respectivamente, e  $\omega_c = 2\pi f$ .

FIGURA 9 - ILUSTRAÇÃO DO DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DE UMA ANÁLISE DE EIS



FONTE: Adaptado de LVOVICH (2012)<sup>70</sup>.

Em circuitos onde a resistência da solução ou eletrólito ( $R_s$ ) é adicionada ao sistema RC em paralelo, a Equação 8 pode ser utilizada para calcular a frequência de relaxação ( $\omega_{cRs}$ ). Contudo, os valores da frequência obtidos na parte máxima do eixo imaginário ( $\omega = 1/RC$ ) podem não corresponder à frequência calculada pela Equação 8, devido à magnitude dos valores de  $R_s$ . Os valores calculados pelas Equações 7 e 8 são similares quando  $R_s/R \ll 1$ , ou seja, quando a resistência do eletrólito/solução é muito pequena<sup>23</sup>.

$$\omega_{cRs} = \frac{1}{RC} \sqrt{\frac{R_s}{R}} + 1 \quad (8)$$

Embora, os circuitos elétricos tenham sido e continuam utilizados para conceituar a impedância, em amostras reais existem uma série de resistores e capacitores em diferentes associações que pode acarretar em erros na interpretação. Além disso, os circuitos elétricos são chamados de análogos ou equivalentes, pois um mesmo sistema pode ser representado por mais de um circuito elétrico<sup>23</sup>.



Em amostras reais, um sistema com associações de resistores e de capacitores pode representar os materiais e processos envolvidos. Esses processos podem ser caracterizados pela suas constantes de tempo de relaxação ( $\tau$ ) que ocorrem em frequências específicas<sup>69</sup>.

Ribeiro e Abrantes (2016)<sup>71</sup> indicaram uma nova forma de interpretação baseada na frequência de relaxação dos diagramas no plano complexo de compostos cimentícios obtidos por EIS. Segundo os autores, essa frequência foi determinada graficamente no topo do diagrama no plano complexo e os valores comparados com as capacitâncias obtidas pelo ajuste com circuitos elétricos equivalentes. Em altas frequências (MHz) foi obtida a resistência do concreto analisado, em baixas frequências (Hz-mHz) os autores observaram valores de capacitância na faixa de  $10^{-6}$  a  $10^{-3}$  F/cm<sup>2</sup> e correlacionaram com os processos corrosivos da superfície do eletrodo. Em frequências intermediárias (Hz-kHz) valores de capacitância de  $10^{-9}$  a  $10^{-6}$  F/cm<sup>2</sup> foram observadas e relacionadas as características do concreto na superfície do metal.

A avaliação dos resultados desse estudo indicou que essa alternativa, melhorou a exatidão da interpretação dos resultados de EIS.

A caracterização da estrutura de poros durante o endurecimento de pastas de cimento Portland foi feita pela técnica de EIS, por Cabeza et al. (2006)<sup>72</sup>. Os autores utilizaram uma célula com dois eletrodos com lâminas de poliéster entre esses e a pasta de cimento para melhorar o contato. Os testes foram conduzidos em frequências de 15 MHz até 10 kHz e a estrutura de poros foi caracterizada pela técnica de porosimetria por intrusão de mercúrio. Nesse estudo, os resultados de EIS foram analisados por meio dos diagramas de Cole-Cole (diagramas no plano complexo da capacitância). A capacitância em altas frequências, chamada de  $C_1$ , foi relacionada à capacitância dielétrica dos sólidos. Já, a capacitância em frequências intermediárias, chamada de  $C_2$ , foi atribuída à capacitância da dupla camada elétrica formada pelas camadas de gel de silicatos de cálcio hidratado (C-S-H) que limitam os poros ocupados. Segundo os autores, essa capacitância aumenta com a ocupação dos poros e com o aumento da espessura da amostra<sup>72</sup>.

O gel de C-S-H é formado pela reação de hidratação dos compostos presente no cimento com a água e tem correlação com as principais propriedades dos compostos cimentícios<sup>73</sup>.

### 2.3.2 Distribuição das constantes de tempo dos dados de EIS

Nas análises de EIS, raramente são obtidos digramas no plano complexo com o semicírculo perfeito, como aquele apresentado na FIGURA 9, que representa, idealmente, a resposta à passagem da corrente por um circuito de um resistor e um capacitor em paralelo. Os diagramas obtidos em amostras reais geralmente têm distorções no seu formato e isso se deve em grande parte a efeitos da dispersão das constantes de tempo e de processos de adsorção/difusão na superfícies<sup>23</sup>.

Em eletrólitos sólidos, interfaces solido-sólido e estudos na área de corrosão essas dispersões são frequentemente encontradas, e podem ser consideradas como a origem dos elementos de fase constante (*Constant Phase Element*, CPE), que são utilizados na análise por circuitos elétricos equivalentes<sup>23</sup>. Por esse motivo é importante a distinção entre a avaliação dos resultados de EIS obtidos em soluções aquosas, daqueles em eletrólitos sólidos, como solo e meios cimentícios, pois a resposta de impedância em EIS é resultado da interação da corrente elétrica com todo o sistema analisado<sup>69</sup>.

O conhecimento da distribuição das constantes de tempo de relaxação é uma informação importante na caracterização dos eletrodos e dos materiais analisados por EIS, pois em muitos casos não é possível identificar e diferenciar processos que podem estar superpostos, somente pela avaliação dos diagramas no plano complexo e diagramas de Bode<sup>23</sup>.

A distribuição das constantes de tempo ( $\tau$ ) pode ser utilizada em sistema onde os processos resistivos-capacitivos (RC) são dominantes e pode ser obtida por meio de métodos de deconvolução e de regularização, que são utilizados para transformar os dados de EIS do domínio da frequência para o domínio do tempo<sup>23,69,74,75</sup>.

De maneira geral a técnica DRT permite separar os processos de polarização de maneira individual, com base nas constantes de tempo típicas de cada processo. Isso é possível pois os dados são modelados considerando um sistema semi-infinito em série da associação de resistores e capacitores em paralelo (R||C). A constante de tempo de cada processo envolvido ( $\tau = RC$ ) pode ser obtida por meio da contribuição individual de cada elemento RC. Essa combinação em série de um número semi-infinito de RC em paralelo é conhecida como um circuito de Voigt<sup>20,69,74,76,77</sup>.

A distribuição das constantes de tempo teve sua origem nos cálculos da dispersão dielétrica da matriz de sólidos e líquidos, definida na Equação (7)<sup>23</sup>.

$$\frac{\varepsilon(\omega) - \varepsilon_\infty}{\varepsilon(s) - \varepsilon_\infty} = \int_0^\infty \frac{G(\tau)}{1 + j\omega\tau} d\tau \quad (7)$$

Na Equação 7,  $\varepsilon_\infty$  e  $\varepsilon(s)$ , são as constantes dielétricas nas frequências com tendência ao infinito e tendência a zero, respectivamente, e  $G(\tau)$  é a função que descreve a distribuição das constantes de tempo. No caso, onde não ocorre a distribuição das constantes de tempo, ou seja, existe apenas uma,  $G(\tau)$  pode ser definido com uma função de Dirac ( $\delta$ ). Assim,  $G(\tau) = (\tau - \tau_0)$ , e a integral da Equação 7, pode ser escrita como detalhado na Equação 8<sup>23</sup>.

$$\frac{\varepsilon(\omega) - \varepsilon_\infty}{\varepsilon(s) - \varepsilon_\infty} = \frac{1}{1 + j\omega\tau_0} \quad (8)$$

Por analogia a Equação da 7, pode-se descrever a dispersão das impedâncias pela Equação 9.

$$\frac{\hat{Z}(\omega) - Z_\infty}{Z_0 - Z_\infty} = \int_0^\infty \frac{G(\tau)}{1 + j\omega\tau} d\ln\tau \quad (9)$$

A distribuição das constantes de tempo para a função  $f(\tau) = \tau G(\tau)$  é contínua, porém, quando a integral da Equação 9 é substituída pela soma de funções discretas, se obtém Equação 10.

$$\frac{\hat{Z}(\omega) - Z_\infty}{Z_0 - Z_\infty} = \sum_{m=1}^M \frac{g_m}{1 + j\omega\tau_m} \quad (10)$$

Nesse método, o valor de  $g_m$  pode ser determinado pela regressão não-linear dos mínimos quadrados para uma série de constantes de tempo em distribuição em escala logarítmica e foi utilizado por J. Ross Macdonald para avaliar a distribuição da permissividade elétrica dos materiais<sup>23</sup>.

Métodos de regularização e de modificações matemáticas, como a inclusão da técnica de Monte Carlo para obter o maior número de dados e uma melhor distribuição das constantes de tempo, têm sido utilizados e, com isso, é possível obter respostas lineares de  $g_m$  versus  $\tau_m$ <sup>23,78</sup>.

A distribuição das constantes de tempo também pode ser definida por uma integral de Fredholm de primeira ordem, Equação 10<sup>23</sup>.

$$g(\omega) = \int_0^\infty K(\tau, \omega) f(\tau) d\tau \quad (10)$$

Onde  $g(\omega)$  é definido pela Equação 11.

$$g(\omega) = \frac{\hat{Z}(\omega) - Z_{\infty}}{Z_0 - Z_{\infty}} \quad (11)$$

Já, o elemento K, é conhecido como elemento de Kernel e está definido pela Equação 12.

$$K(\tau, \omega) = \frac{1}{1 + j\omega\tau_0} \quad (12)$$

E, a função desconhecida de distribuição das constantes de tempo  $f(\tau)$  pode ser dada pela Equação 13.

$$f(\tau) = \tau G(\tau) \quad (13)$$

Segundo Lasia (2014)<sup>23</sup> a Equação 10 pode ser resolvida numericamente em um sistema de equações lineares e diferentes métodos de regularização podem ser utilizados. Embora o autor cite que um dos problemas desse método é a escolha do parâmetro de regularização, pois valores muito pequenos levam à imprecisão nos resultados das constantes de tempo e os valores muito grandes distorcem a função, alguns métodos foram criados para a sua otimização<sup>23</sup>.

Diversos métodos de regularização têm sido utilizados para a análise de DRT. Em um estudo realizado por Wan et al. (2015)<sup>77</sup> foi avaliada a influência desses métodos na distribuição das constantes de tempo. Além disso, foi criada uma ferramenta, chamada DRTtools, utilizando funções de base radial (*Radial Base Functions*, RBFs), que pode ser utilizada para a obtenção das constantes de tempo a partir dos dados de EIS<sup>77</sup>.

A Equação 14, integral de Fredholm de segunda ordem, e o método de regularização de Tikhonov foram utilizados em diversos estudos que avaliaram a distribuição das constantes de tempo<sup>20,76,77,79</sup>.

$$Z(\omega) = R_0 + R_{pol} \int_0^{\infty} \frac{g(\tau)}{1 + j\omega\tau} d\tau \quad (14)$$

Adicionalmente, a integral da função  $g(\tau)$  é dada pela Equação 15.

$$\int_0^{\infty} g(\tau) d\tau = 1 \quad (15)$$

Onde,  $(\omega)$  é a frequência angular;  $Z(\omega)$ , são os dados de impedâncias experimentais;  $R_0$ , a resistência ôhmica;  $R_{pol}$ , a resistência a polarização do sistema em estudo;  $g(\tau)$ , a função de distribuição;  $(\tau)$ , é a constante de tempo para um

elemento RC; e o termo  $\frac{g(\tau)}{1+J\omega\tau}$  se refere à fração de toda a resistência à polarização entre  $\tau$  e  $\tau + d\tau$ . Com isso a integral da resistência à polarização de todos os elementos individuais corresponde à resistência à polarização total do sistema analisado<sup>20</sup>. Em alguns estudos, a função da distribuição das constantes de tempo  $g(\tau)$  é chamada de  $\gamma(\tau)$ , devido às diferenças nos métodos de regularização utilizados<sup>76,77,79</sup>.

Para um intervalo específico e frequências, como no caso de uma análise de EIS, a Equação 14 pode ser reescrita, Equação 16.

$$Z(\omega) = R_0 + R_{pol} \sum_{k=1}^N \frac{g(k)}{1+J\omega\tau_k} \quad (16)$$

Nesse caso,  $g(k)$  representa uma parcela da contribuição relativa de  $\tau_k$  em todo o processo de polarização do sistema em estudo. Caso esse valor seja multiplicado por  $R_{pol}$ , é possível obter também uma distribuição das intensidades das polarizações ao longo da faixa de frequência utilizada denominada<sup>20</sup>.

A Equação 16 pode ser resolvida por diferentes métodos matemáticos<sup>76,77</sup>, entre eles o método de regularização de Tikhonov que é baseado na extensão de custo de uma função por um termo, considerando a suavização da solução e a compatibilidade com os dados observados. O grau de regularização é obtido pelo fator de regularização ( $\lambda$ ), que pode levar a distorções no formato do diagrama e comprometer a separação dos processos caso os valores maiores que  $1 \times 10^{-3}$  sejam utilizados, assim como, pode ocasionar a presença de oscilações que não estão relacionadas aos processo físico-químicos da amostra com a utilização de valores muito baixos (menores de  $1 \times 10^{-7}$ )<sup>20,80</sup>.

Foi observado que a análise por DRT é sensível à quantidade de pontos por década de frequência utilizados na técnica de EIS. Segundo os autores alguns processos analisados em células combustíveis podem ser separados pelo aumento do número de pontos por década e que ruídos ou artefatos gerados nas análises de EIS podem ser eliminados pela escolha do parâmetro de regularização ( $\lambda$ )<sup>78</sup>.

A análise de DRT foi utilizada com sucesso para analisar os dados de EIS de células combustíveis poliméricas em alta temperatura no ano de 2017. Os autores ressaltaram que esse foi o primeiro estudo de DRT nesse material, onde foi possível identificar os processos por meio de sete picos em frequências específicas na faixa de 100 kHz-100 mHz, que até então não podiam ser distinguidos pela avaliação dos

diagramas no plano complexo que continha três semicírculos. Além disso, os autores citaram o aumento da precisão dos resultados devido a uma eficiente separação dos processos de polarização na amostra o que muitas vezes não era observado nos diagramas no plano complexo<sup>20</sup>.

A análise de DRT tem sido muito utilizada na avaliação células combustíveis de óxido sólido (SOFCs)<sup>78,81,82</sup>. Em um estudo de revisão os autores indicaram que essas análises têm alta eficiência e excelente desempenho na separação de processos individuais de polarização e pode auxiliar no estudo e no desenvolvimento de novos materiais para essas células e, que estas são muito úteis na conversão de energia química em energia elétrica<sup>82</sup>.

A análise dos dados de EIS por DRT foi utilizada para separar a contribuição da condutividade dos contornos de grão da condutividade da amostra em eletrólitos sólidos condutores de íons de lítio. As análises foram conduzidas em uma faixa de frequência de 120 MHz até 20 Hz com uma voltagem de perturbação de 20 mV de amplitude<sup>83</sup>.

### 2.3.3 Qualidade dos dados de EIS

Para a obtenção de resultados confiáveis em EIS os ensaios devem ser realizados na região linear, pois caso ocorram alterações na superfície do eletrodo os resultados obtidos em alta frequência podem não ter relação com aqueles obtidos em baixas frequências, acarretando erros na interpretação. Para verificar a estabilidade do sistema é recomendada a repetição dos testes e a verificação da consistência entre os resultados. Além disso, é possível verificar se a perturbação aplicada está na faixa linear pela análise da consistência dos resultados em duas amplitudes<sup>19,69</sup>.

A validação dos dados experimentais em EIS envolve a teoria dos sistemas lineares (*Linear System Theory*, LST), onde os critérios como linearidade, causalidade e estabilidade podem ser verificados. Para validar os dados, as transformadas Kramers-Krönig (K-K) podem ser utilizadas e, nesse caso, é possível calcular os dados de impedância imaginária a partir dos dados da impedância real e vice-versa. Caso os dados calculados se ajustem aos experimentais, estes possivelmente atendem aos requisitos de linearidade, causalidade e estabilidade e são considerados válidos. Um sistema é considerado linear quando a soma dos sinais de entrada é igual da soma da resposta nos sinais de saída. Além disso, para sistemas lineares a resposta é

independente da amplitude. O termo causalidade está ligado ao fato de que a resposta não pode preceder a perturbação e a estabilidade está relacionada ao fato que o sistema perturbado relaxe ao seu estado original após o final da perturbação. Quando o ajuste é realizado isso indica uma representatividade física do modelo empregado, em comparação ao investigado, sendo possível prever que o modelo descreve com precisão o sistema investigado<sup>13,23</sup>.

As transformadas de K-K utilizadas para checar a validade dos dados em uma faixa de frequência estão descritas nas Equações 17, 18, 19, 20 e 21, onde  $Z'(\omega)$  e  $Z''(\omega)$ , são as partes real e imaginária da impedância e  $(\omega)$  a frequência angular.

$$Z'(\omega) - Z'(\infty) = \left(\frac{2}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{xZ''(x) - \omega Z''(\omega)}{x^2 - \omega^2} dx \quad (17)$$

$$Z'(\omega) - Z'(0) = \left(\frac{2\omega}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \left[\left(\frac{\omega}{x}\right) Z''(x) - Z''(\omega)\right] \frac{1}{x^2 - \omega^2} dx \quad (18)$$

$$Z''(\omega) = \left(\frac{2\omega}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{Z'(x) - Z'(\omega)}{x^2 - \omega^2} dx \quad (19)$$

$$\phi(\omega) = \left(\frac{2\omega}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{\log|Z(x)|}{x^2 - \omega^2} dx \quad (20)$$

$$R_p = \left(\frac{2}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{Z''(x)}{x} dx \quad (21)$$

Essas equações podem ser utilizadas para calcular a parte imaginária a partir da real e vice versa (Equações 17, 18 e 19), além do ângulo de fase a partir do módulo de impedância (Equação 20), da resistência à polarização a partir da parte imaginária (Equação 21), que também pode ser obtida a partir da parte real como descrito na Equação 22<sup>69</sup>.

$$R_p = Z'(0) - Z'(\infty) \quad (22)$$

Embora as relações de K-K sejam fundamentais para a validação dos dados em EIS, do ponto de vista experimental é impraticável realizar a integração em uma ampla faixa de frequência. Devido a essa limitação algumas aproximações foram propostas, como a checagem da conformidade das transformadas de K-K<sup>23</sup>.

Pela aproximação se considera que o sistema eletroquímico analisado, quando considerado linear, pode ser descrito por um circuito de Voight com uma

conexão R e C, em paralelo. A impedância desse circuito pode ser descrita pela Equação 23, onde  $\tau_i = RC$ , é a constante de tempo de um elemento  $i$ ,  $R_i$ , a sua resistência, e  $R_0$ , a resistência da solução (eletrólito)<sup>23,84</sup>.

$$\hat{Z} = R_0 + \sum_{i=1}^n \frac{R_i}{1+j\omega\tau_i} \quad (23)$$

Essa consideração foi utilizada para o desenvolvimento de um ajuste dos dados experimentais. Nesse caso, a distribuição das constantes de tempo é fixada ou igualada ao inverso da sua frequência ( $\tau_i = 1/\omega_i$ ) e a qualidade do ajuste pode ser avaliada, assim como, os resíduos de  $Z'$  e  $Z''$ , calculados em relação ao ajuste, que são obtidos conforme as Equações 24 e 25<sup>23,84</sup>.

$$\Delta_{Real}(\omega) = \frac{Z'(\omega) - \hat{Z}'(\omega)}{|Z(\omega)|} \quad (24)$$

$$\Delta_{Imag}(\omega) = \frac{Z''(\omega) - \hat{Z}''(\omega)}{|Z(\omega)|} \quad (25)$$

Se os resíduos dos dados analisados forem menores que 1%, os dados podem ser considerados de acordo com os princípios das relações de K-K<sup>20,84</sup>.

#### 2.3.4 Potencial de circuito aberto (OCP)

A medida do potencial de circuito aberto (OCP) é uma das técnicas mais simples para a avaliação da corrosão de uma determinada estrutura. Essa medida qualitativa do potencial de um metal em um determinado ambiente pode ser utilizada na avaliação do desempenho de um revestimento, como, por exemplo, a galvanização, com o passar do tempo<sup>6,30</sup>.

Essa avaliação do desempenho foi realizada por Karthick et al. (2020)<sup>66</sup>, e envolveu o estudo de barras cilíndricas de aço e de ferro galvanizado enterrados em solo argiloso. Foi observado que as barras de aço que inicialmente tinham um potencial de -450 mV versus um eletrodo de calomelano saturado (*Saturated Calomel Electrode*, SCE), tiveram seu potencial alterado para -650 mV vs. SCE após 30 dias de exposição e este potencial permaneceu constante até os 90 dias. Os autores indicaram que essa mudança no potencial foi ocasionada pela dissolução do ferro presente no aço e início da formação dos produtos de corrosão. Já, nas barras de ferro galvanizado o potencial mudou de -1050 mV na primeira semana para -650 mV



após 30 dias de exposição permanecendo constante até os 90 dias. Essa mudança, segundo autores, está relacionada a dissolução da camada de galvanização e o início da corrosão do ferro. Ainda, nesse estudo, foi constatado que a taxa de corrosão, pela técnica de perda de massa, em ambas as amostras foi semelhante durante o período de exposição de 90 dias, e que o baixo desempenho a corrosão do ferro galvanizado em relação ao aço, foi devido a pequena espessura da camada de galvanização (35  $\mu\text{m}$ )<sup>66</sup>.

A resistência à corrosão de diferentes aços em concreto, expostos a ciclos de molhagem e secagem com solução de NaCl à 15%, foi observada em um recente estudo<sup>57</sup>. Os autores utilizaram as condições descritas na TABELA 1, baseadas na norma ASTM C876<sup>85</sup> que descreve as faixas de potenciais do aço em relação a um eletrodo de cobre/sulfato de cobre saturado, (*Copper Sulfate Electrode*, CSE), para avaliar a suscetibilidade à corrosão dos aços analisados. Todas as amostras analisadas tiveram potenciais menores que -426 mV vs. SCE, o que indicou uma condição de corrosão severa segundo esse critério.

TABELA 1 – FAIXAS DE CONDIÇÕES DE CORROSÃO EM RELAÇÃO AO POTENCIAL DO AÇO NO CONCRETO BASEADA NA NORMA ASTM C876<sup>85</sup>

Valores do OCP		Condições de corrosão
mV vs. SCE	mV. vs. CSE	
<-426	< -500	Corrosão severa
<-276	< -350	Risco >90% de corrosão
Entre -126 e -276	Entre -200 e -350	Risco intermediário de corrosão
> -126	> -200	Risco <10% de corrosão

Fonte: Adaptado ASTM C876 (2015)<sup>85</sup>.

Em um estudo sobre a influência do teor de umidade do solo foram identificadas diferenças nos valores do OCP do aço no solo com 25% de saturação e no saturado. Os autores atribuíram este comportamento a diferentes aerações, pois o solo com 25% de saturação tem boa parte dos poros preenchida com ar o que facilita o transporte de oxigênio, enquanto no solo saturado o oxigênio é transportado principalmente por difusão, devido ao fato dos poros estarem totalmente preenchidos com o eletrólito<sup>46</sup>.

Em outro estudo sobre o efeito da interface aço/concreto na corrosão, os valores do OCP, os autores indicaram um risco intermediário para grande parte das amostras analisadas, com valores entre -126 e -276 mV vs. SCE<sup>58</sup>. No entanto, em

uma das amostras ocorreu uma variação  $>-150$  mV em menos de 24 h com posterior estabilização em valores menores  $-276$  mV vs. SCE, sem indícios de repassivação, o que segundo os autores indicou o início da corrosão. Além disso, os autores indicaram que a presença de uma falha na interface aço/concreto foi a responsável pelo início da corrosão na amostra que teve a mudança repentina de potencial para valores mais negativos, o que foi confirmado por meio de análises visuais e micrografias.

Considerando os fatos descritos fica evidente a importância de conhecer o ambiente (eletrólito) no qual o metal está inserido para avaliar corretamente a perda da camada de galvanização ou a corrosão em materiais enterrados no solo e/ou encapsulados em pasta de cimento<sup>30</sup>.

## 2.4 TÉCNICAS ADICIONAIS DE DIAGNÓSTICO DE CORROSÃO EM CAMPO

A título de informação, outros métodos de medição vêm sendo utilizados nos diagnósticos de corrosão, como as técnicas de impulsos reflectométricos (RIMT<sup>®</sup>) e a baseada na teoria de ondas guiadas (*Guided Wave Testing*, GWT). Porém estas, apesar de não-destrutivas não têm sua eficácia garantida para avaliar qualitativamente o processo de corrosão e, por esse motivo, não foram detalhadas nesse estudo. A reflectometria está baseada no envio de um sinal elétrico de alta frequência ou de baixo intervalo de tempo e da análise da resposta, que é influenciada por descontinuidades na estrutura do material podendo ser ocasionada por corrosão e afetando o sinal refletido<sup>2</sup>.

A técnica GWT está baseada na amplitude e na velocidade da onda refletida. Em regiões com corrosão ocorre uma alteração na largura da haste ou da seção transversal e com isso gera-se um sinal de retorno. Medindo-se o tempo de retorno do sinal em uma determinada frequência e velocidade de onda é possível indicar qualitativamente sobre a localização do processo de corrosão<sup>86</sup>.

Apesar dessas técnicas serem muito utilizadas na detecção da corrosão em campo, poucos estudos realizaram testes em sistemas de ancoragem de torres estaiadas<sup>2</sup>. Diante disso, o desenvolvimento de novas metodologias NDT para a inspeção dessas estruturas é fundamental para garantir a confiabilidade do sistema de transmissão de energia elétrica.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, foram abordados os materiais e os métodos utilizados. Na FIGURA 10, é possível visualizar uma ilustração onde estão contidas, de maneira simplificada as atividades executadas durante esse estudo.

FIGURA 10 - ILUSTRAÇÃO CONTENDO AS ATIVIDADES EXECUTADAS NESSE ESTUDO



FONTE: O autor (2020).

#### 3.1 MATERIAIS

A investigação da falha das hastes de âncora devido aos processos corrosivos foi iniciada após uma campanha de manutenção preventiva realizada em uma linha de transmissão de 230 kV.

Hastes de âncora galvanizadas com formato cilíndrico medindo 3,5 m de comprimento com diâmetro de 3,2 cm, contendo orifício interno de 1,0 cm e encapsuladas com cobertura de, aproximadamente, 3,5 cm de pasta de cimento, íntegras e com corrosão, foram removidas do campo após a manutenção preventiva do sistema de ancoragem das torres estaiadas da LT localizada no estado do Rio Grande do Norte, no nordeste brasileiro, e enviadas para o laboratório para a análise de inspeção visual e para as suas caracterizações.

Foram coletadas 35 amostras de solo próximas às torres de transmissão, à uma profundidade de, aproximadamente, 40 cm da superfície de modo a retirar a matéria orgânica presente na superfície. Desse total, 3 lotes de solo, provenientes de torres onde foram constatados processos de corrosão severa (com perda de seção e até rompimento das hastes), corrosão leve (sem perda de seção transversal), e sem corrosão (nem perda da galvanização) foram utilizadas nesse estudo. Esses lotes,

foram identificados como: solo extremamente corrosivo (EC), solo levemente corrosivo (LC) e solo não-corrosivo (NC).

Os produtos de corrosão foram coletados da superfície dos segmentos de hastes retiradas do solo corrosivo, próximo à extremidade inferior (aproximadamente 2 m a partir da superfície do solo) para uma posterior caracterização. Além disso, alguns fragmentos de pasta de cimento aderidos às hastes de âncora, e porções de solo encontradas nas seções inferiores das hastes de âncora, foram analisadas por cromatografia de íons, para medir o teor de íons existentes nos locais, de forma a subsidiar os estudos de corrosão e resultados observados.

Na torre onde foi coletado o solo EC, foi realizada uma análise da variação do perfil da resistividade e do teor de íons até uma profundidade de 2 m para verificar possíveis alterações na composição, resistividade e conteúdo de íons nessa região onde foram encontrados processos avançados de corrosão.

Para a realização dos ensaios de resistividade do solo pelo método ASTM G187-18 foi utilizado um regulador de voltagem da marca JNG® modelo TDGC<sub>2</sub>-2kVa, com capacidade de 2000 VA e 8 A, com saída de 0-250 V, utilizando a faixa de 0-30 V. As leituras de corrente foram realizadas com um multímetro da marca Minipa com precisão de 1,0% em relação ao valor da leitura.

O cimento utilizado na confecção dos corpos de prova utilizados no desenvolvimento da metodologia de detecção de falhas no encapsulamento, foi o CPV-ARI (cimento Portland do tipo V (cinco) de alta resistência inicial). A escolha desse tipo de cimento foi em virtude de ser utilizado no encapsulamento das hastes de âncoras da LT em estudo. Além disso, esse cimento é um dos mais utilizados nesse tipo de estrutura, pois grande parte da resistência mecânica é obtida nas primeiras horas de cura da pasta de cimento.

Nos ensaios eletroquímicos de resistividade do solo por EIS e de detecção de falhas no encapsulamento em laboratório foi utilizado um potenciostato/galvanostato modelo Reference 600+ da marca Gamry.

Na análise de resistividade do solo no sítio experimental na cidade de Curitiba (PR) foi utilizado um potenciostato/galvanostato portátil modelo PalmSens4 da marca PalmSens.

## 3.2 MÉTODOS

### 3.2.1 Inspeção visual das hastes de âncora

As hastes de âncora retiradas de campo após a campanha de manutenção, que tiveram as características do solo analisadas, foram inspecionadas e classificadas quanto ao grau de corrosão. Hastes com perda de seção transversal, devido à corrosão, foram classificadas como corrosão severa, aquelas que, embora tivessem sinais de corrosão não tinham perda de seção, foram classificadas como corrosão moderada, e aquelas contendo a camada de galvanização e sem indícios de corrosão foram classificadas como sem corrosão.

### 3.2.2 Composição química da haste de âncora

O ensaio de caracterização da haste de âncora de aço galvanizado, retirada da LT, foi realizado pela análise de composição química do metal utilizando um espectrômetro de emissão óptica com fotomultiplicadora da marca BRUKER elemental modelo Q8 MAGELLAN e um analisador de carbono/enxofre da marca HORIBA modelo EMIA-320V2. Essa análise foi realizada segundo a norma ASTM E-415<sup>87</sup>.

### 3.2.3 Caracterização da pasta de cimento aderida às hastes de âncora

A amostra de pasta de cimento coletada junto à superfície da haste de âncora retirada da LT, foi cuidadosamente pulverizada até que o material tivesse uma granulometria adequada para passar através da peneira de 850 µm. O material passante foi utilizado para a extração dos íons solúveis em água.

Uma massa de 10 g de pasta de cimento pulverizada foi utilizada para a extração, conforme procedimento descrito na norma ASTM C1218/1218M. O extrato aquoso foi separado para uma posterior análise por cromatografia de íons.<sup>88</sup>

A determinação do teor de cloretos, sulfato e nitrato por cromatografia de íons foi realizada segundo a norma ASTM D4327. Para isso, foi utilizado um equipamento cromatógrafo de íons, marca Metrohm, modelo 881 Compact IC Pro, com coluna cromatográfica Metrosep A Supp 5-150/4.0, sistema de supressão química e detetor

de condutividade. A vazão utilizada foi de 0,7 mL/min, utilizando como eluente uma solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$  com concentrações de 5,0 e 1,0 mmol/L respectivamente<sup>89</sup>.

### 3.2.4 Caracterização de íons no solo

As amostras de solo coletadas junto às torres da LT foram peneiradas em uma peneira de 600  $\mu\text{m}$  e o material passante foi utilizado para a extração dos íons solúveis em água. Uma massa de 2 g de solo foi utilizada para a extração em 100 ml de água ultrapura e, após 1 h, essa solução foi filtrada em papel filtro faixa azul, em filtro 0,45  $\mu\text{m}$  e o extrato aquoso foi utilizado para a determinação dos íons pela técnica de cromatografia de íons. A extração dos íons foi realizada segundo a norma ASTM C1580<sup>90</sup>.

### 3.2.5 Caracterização dos produtos de corrosão

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com os detectores de energia dispersiva de Raios-X (*energy dispersive X-ray spectroscopy*, EDS), e de difração de elétrons retroespalhados, (*electron backscatter diffraction*, EBSD), têm se tornado uma ferramenta importante na investigação da microestrutura dos materiais e da sua cristalografia, respectivamente. Essas análises possibilitam, por exemplo, a discriminação de fases cristalinas em aços comerciais<sup>91</sup>.

Os elétrons retroespalhados fornecem padrões de difração característicos (chamados linhas de Kikuchi) que geralmente têm profundidade de informação entre 40-70 nm, e são obtidos com melhor resolução, utilizando um potencial de aceleração entre 20-30 keV. Os ângulos entre as linhas de Kikuchi e entre os eixos de cada região são específicos para cada estrutura cristalina<sup>92</sup>.

Ao se analisar estas linhas de difração em conjunto com a composição química elementar da região, por EDS, é possível observar a relação entre o tamanho dos grãos individuais e sua orientação preferencial. Com isso pode-se investigar e entender melhor os processos de crescimento e de refinamento dos grãos, recristalização e a presença de deformações em determinados materiais, além de muitos outros fenômenos<sup>92</sup>.

As amostras do material da haste foram preparadas usando procedimentos metalográficos com papel abrasivo em carbeto de silício até malha 1200, seguido de polimento em alumina a 0,3  $\mu\text{m}$ . Uma câmera acoplada a um microscópio óptico marca Olympus, modelo BX-51M foi usada para registrar as imagens metalográficas.

As micrografias das superfícies dos metais foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura com emissão de elétrons (*Field Emission Gun*, FEG), modelo Mira3 LM, marca Tescan. As áreas para as análises foram obtidas a partir de um detector de elétrons secundários (SE). Também, foi verificada a composição química elementar da área exposta, com um detector EDS, marca Oxford.

Os parâmetros do equipamento utilizados para a análise, foram: a tensão de corrente do feixe de elétrons de 15 kV; a abertura do feixe de 18,0 nm; a distância de trabalho de 15 mm; e o modo de varredura por profundidade.

O detector EBSD modelo NordlysNano da Oxford Instruments foi utilizado para coletar informações cristalográficas, e os parâmetros foram: tensão de corrente de elétron de 15 kV, tamanho do ponto de 17 nm, distância de trabalho de 16,3 mm, modo de varredura de profundidade e tamanho do passo de 0,18  $\mu\text{m}$ .

A análise de difração de raios X (DRX) é um dos métodos mais utilizados na caracterização de materiais como os produtos de corrosão, por meio da análise de sua estrutura cristalina. Sua utilização possibilita a identificação de diferentes compostos ou fases, mesmo que estes tenham composição química similares ou iguais<sup>93</sup>.

As análises de DRX foram realizadas, nos produtos de corrosão retirados da superfície do metal exposto em solo, na forma de pó, em um equipamento da marca Bruker, modelo D8 ADVAN-CED ECO, com alvo de tubo de raios-X de cobre,  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ .

A espectroscopia Raman é utilizada na caracterização de materiais em escala micrométrica, com a vantagem de ser necessária uma quantidade menor de amostra do que a técnica de DRX. A identificação das fases por essa técnica utiliza as vibrações características associadas àquela fase em determinado material. O método mais utilizado para a avaliação dos espectros obtidos pela técnica de espectroscopia Raman é a comparação com os espectros padrões de amostras de referência, o que permite identificar as bandas características de cada material<sup>94</sup>.

Um microscópio confocal Raman WITec Alpha 300 R foi usado nas análises dos produtos de corrosão. Foi utilizado um laser vermelho com comprimento de onda



de 532 nm e uma lente objetiva 20X, com uma varredura na faixa de 150–1800  $\text{cm}^{-1}$ . A potência de teste do laser no ar foi de 3,0 mW e o tempo de coleta de dados foi de 100 s.

### 3.2.6 Taxa de corrosão em campo

A taxa de corrosão foi realizada com o intuito de avaliar a corrosividade do solo da LT, considerando a influência da sazonalidade do clima da região. Para isso, cupons de corrosão, de formato cilíndrico, com 8 cm de comprimento e 1,0 cm de diâmetro, de aço carbono 1020 foram preparados, identificados e analisados por perda de massa, conforme as recomendações da norma ASTM G01<sup>95</sup>. Em cada torre foram instalados 2 pontos com cupons, sendo que em cada ponto foram colocados 4 cupons, distantes 50 cm de uma estaca de identificação que está a uma distância de 2 m da base da haste de âncora. Os cupons foram enterrados a uma profundidade de 50 cm em relação a superfície. Os cupons foram instalados na LT no dia 05/02/2018, e a coleta realizada em duas etapas: a primeira coleta (2 cupons de cada ponto) foi realizada após 175 dias, e a segunda após 301 dias de exposição.

### 3.2.7 Resistividade do solo

As análises de resistividade elétrica do solo foram realizadas em uma célula de acrílico com dimensões de (3,27 x 4,00 x 3,60) cm (comprimento x largura x altura), com dois eletrodos de aço inoxidável, conforme ilustrado na FIGURA 11. Os ensaios foram realizados pela norma ASTM G187-18<sup>96</sup> e por EIS.

Para realizar as análises de resistividade elétrica, pequenas porções de solo foram adicionadas à célula com posterior compactação, seguido da adição de água destilada em pequenas quantidades, até o seu preenchimento, conforme recomendado na norma ASTM G187-18<sup>96</sup>.

Nos ensaios, segundo a norma ASTM G187-18<sup>96</sup>, as curvas de corrente vs. potencial foram realizadas, na faixa de 0-30 V, com medidas de corrente a cada 5 V. O coeficiente angular (resistência) obtido nessa curva foi multiplicado pelo fator da célula para obter o resultado de resistividade em  $\Omega\cdot\text{m}$ , conforme a Equação 26. O fator geométrico da célula foi calculado levando em consideração a área da face de um dos

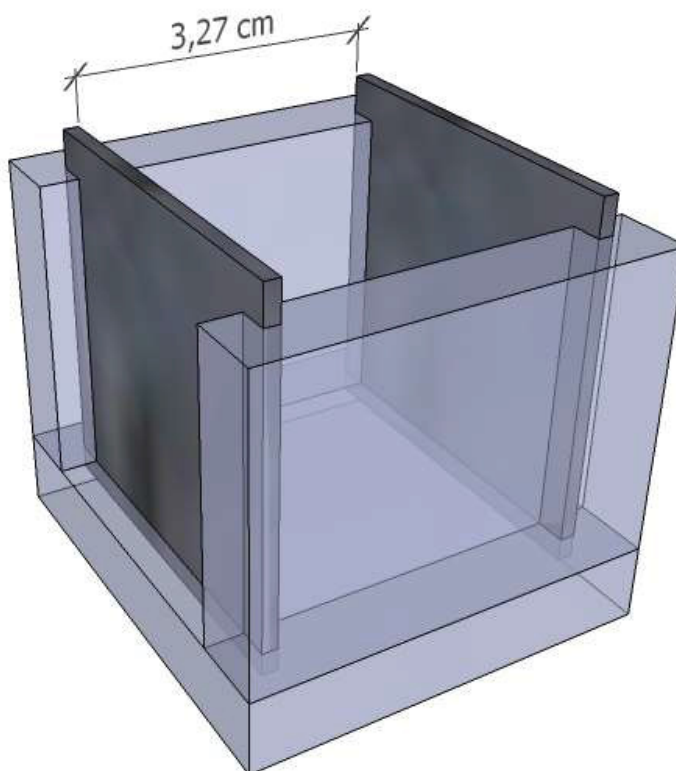


eletrodos ( $14,40 \text{ cm}^2$ ) dividido pela distância entre eles ( $3,27 \text{ cm}$ ) e a conversão de unidades de centímetros para metro. Nesse caso o fator da célula foi de  $0,044 \text{ m}$ .

$$\text{Coeficiente angular } (\Omega) \times \text{Fator } (m) = \text{Resistividade } (\Omega.m) \quad (26)$$

Os ensaios foram conduzidos com temperatura ambiente em  $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$  e por esse motivo não foi realizada a correção da resistividade com a temperatura.

FIGURA 11 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA DE ACRÍLICO UTILIZADA NAS ANÁLISES DE RESISTIVIDADE DO SOLO PELO MÉTODO ASTM E POR EIS



FONTE: O autor (2020).

### 3.2.8 Ensaio eletroquímico

#### 3.2.8.1 Configuração da célula

Ao menos 4 conexões com a célula eletroquímica são encontradas na grande maioria dos potenciostatos/galvanostatos modernos, podendo ocorrer, no entanto, algumas variações conforme o fabricante. Essas conexões consistem basicamente de um contra eletrodo (*counter electrode*, CE), um eletrodo de trabalho (*work electrode*, WE), e até duas entradas para eletrodo de referência (*Reference Electrode*, RE)<sup>69</sup>.

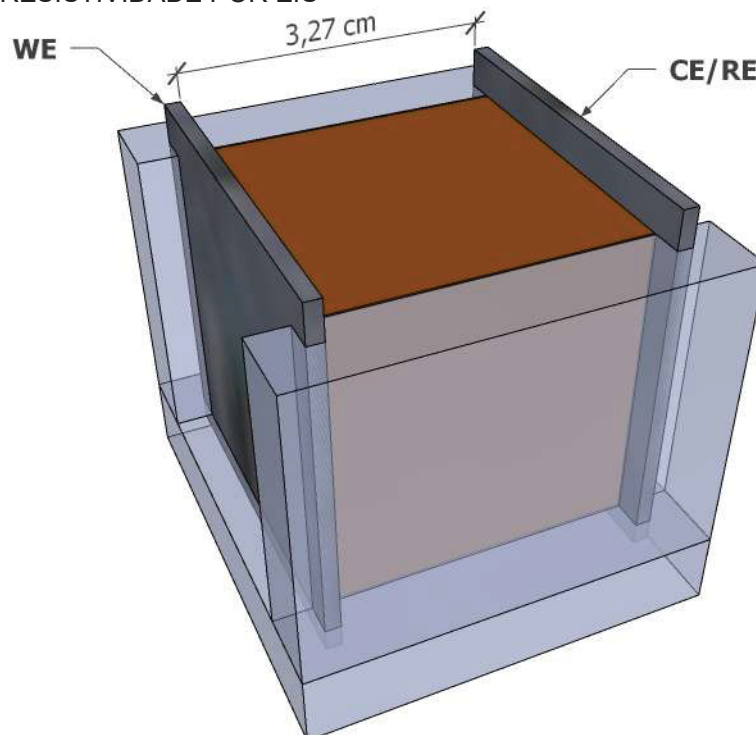
Nesse estudo, foi utilizada uma configuração de 2 eletrodos, recomendada para as medidas realizadas em materiais com alta impedância (na ordem de  $k\Omega \cdot \text{cm}^2$  e  $M\Omega \cdot \text{cm}^2$ ), onde a impedância dos cabos é insignificante<sup>23</sup>.

As medidas de potencial foram realizadas contra um RE (com potencial estável e conhecido). Nesse estudo, foi utilizado o eletrodo SCE.

### 3.2.8.2 Resistividade do solo por EIS

Os ensaios de resistividade do solo por EIS foram executados utilizando uma célula de acrílico na configuração de 2 eletrodos, conforme ilustrado na FIGURA 12, de aço inoxidável com dimensões de (3,27 x 4,00 x 3,60) cm (comprimento X largura X altura), adotando o mesmo procedimento de preenchimento recomendado pela norma ASTM G187-18<sup>96</sup>.

FIGURA 12 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA DE ACRÍLICO PREENCHIDA COM SOLO NA CONFIGURAÇÃO DE DOIS ELETRODOS, UTILIZADA NAS ANÁLISES DE RESISTIVIDADE POR EIS



FONTE: O autor (2020).

A análise de EIS foi realizada na faixa de frequência de 5 MHz até 0,1 Hz, com uma amplitude de sinal de 25 mV (rms) ao redor do OCP e aquisição de 7 pontos por década de frequência. Esses ensaios foram conduzidos com temperatura ambiente

em  $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$  e por esse motivo não foi realizada a correção da resistividade com a temperatura.

O valor de impedância real ( $Z_{\text{real}}$ ) utilizado no cálculo da resistividade foi selecionado na mesma frequência do menor ângulo de fase (mais próximo de zero) em altas frequências (kHz) no diagrama de Bode. Também, foram analisados os resultados obtidos utilizando o valor de  $Z_{\text{real}}$  nas frequências de 10,0 e 1,0 kHz.

Esse valor de impedância real ( $Z_{\text{real}}$ ) em  $\Omega.\text{cm}^2$ , foi dividido pela distância entre os eletrodos (3,27 cm), onde foi obtido o valor de resistividade em  $\Omega.\text{cm}$ , sendo convertido  $\Omega.\text{m}$  ( $\Omega.\text{cm}/100$ ), unidade utilizada nesse estudo.

As análises foram realizadas em triplicata e os dados obtidos pelo método ASTM e por EIS foram avaliados pela análise de variância Anova e teste de Tukey.

A qualidade dos dados de EIS foi avaliada por meio dos resíduos das transformadas de K-K, obtidos no software Gamry Echem Analyst, sendo o cálculo realizado baseado nas Equações 24 e 25. Segundo a literatura, resíduos menores que 1,0%, atendem aos critérios estabelecidos por K-K<sup>20,84</sup>. No entanto, o critério de linearidade foi testado individualmente para todos os solos analisados. Nesse caso, a amplitude de 25 mV foi testada em relação a linearidade pela comparação com ensaios realizados na amplitude de 10 mV.

Nas análises de resistividade por EIS em um campo experimental os ensaios foram conduzidos na faixa de frequência de 1 MHz até 0,1 Hz, devido à configuração do equipamento portátil utilizado, com demais parâmetros idênticos aos ensaios conduzidos no laboratório. Porém, nesse caso foi realizada a correção do valor obtido para a temperatura padrão de 25 °C conforme a Equação 27<sup>97</sup>.

$$\rho_T = \rho_{25\text{ }^\circ\text{C}} [1 + \alpha(T - 25\text{ }^\circ\text{C})] \quad (27)$$

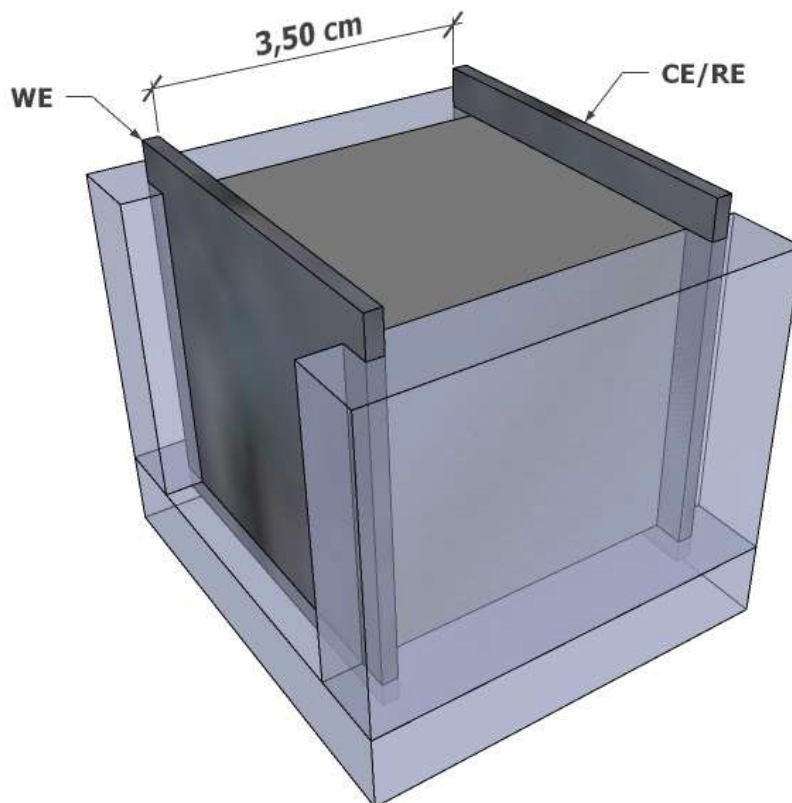
Onde:  $\rho_T$  é a resistividade elétrica do material na temperatura medida;  $\rho_{25\text{ }^\circ\text{C}}$  é a resistividade corrigida para a temperatura de 25 °C;  $\alpha$ , o fator de correção 0,0202 (2,02%); e  $T$ , a temperatura no qual o ensaio foi realizado. Essa correção é válida para as análises realizadas em temperaturas entre 15-35 °C, onde a cada aumento de 1,0 °C ocorre uma variação de 2,02% no valor da resistividade do solo<sup>97</sup>.

### 3.2.8.3 Detecção de falha no encapsulamento

O desenvolvimento da metodologia de detecção de falhas do encapsulamento por EIS, foi realizado em três etapas, utilizando células eletroquímica de acrílico, montada com 2 eletrodos de aço inoxidável AISI 304, em potencial de circuito aberto (OCP). Os ensaios foram conduzidos em uma faixa de frequência de 5 MHz a 0,1 Hz com uma amplitude de sinal de 25 mV (rms), com a aquisição de 7 pontos por década de frequência com temperatura ambiente de  $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

Na Etapa 1, foi realizada a caracterização eletroquímica por EIS e a distribuição das constantes de tempo da pasta de cimento utilizada no encapsulamento. Para isso, foi confeccionado corpo de prova de pasta de cimento em uma célula de acrílico com eletrodos de aço inoxidável AISI 304, FIGURA 13, com dimensões de (3,5 x 4,0 x 3,05) cm (comprimento X largura X altura), utilizando a relação água/cimento (a/c) de 0,5 e cura úmida por 28 dias. A dimensão do corpo de prova visou simular o recobrimento do metal pela pasta de cimento em campo.

FIGURA 13 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA UTILIZADA NA ETAPA 1, DE CARACTERIZAÇÃO DA PASTA DE CIMENTO UTILIZADA NO ENCAPSULAMENTO DAS HASTES DE ÂNCORA



FONTE: O autor (2020).

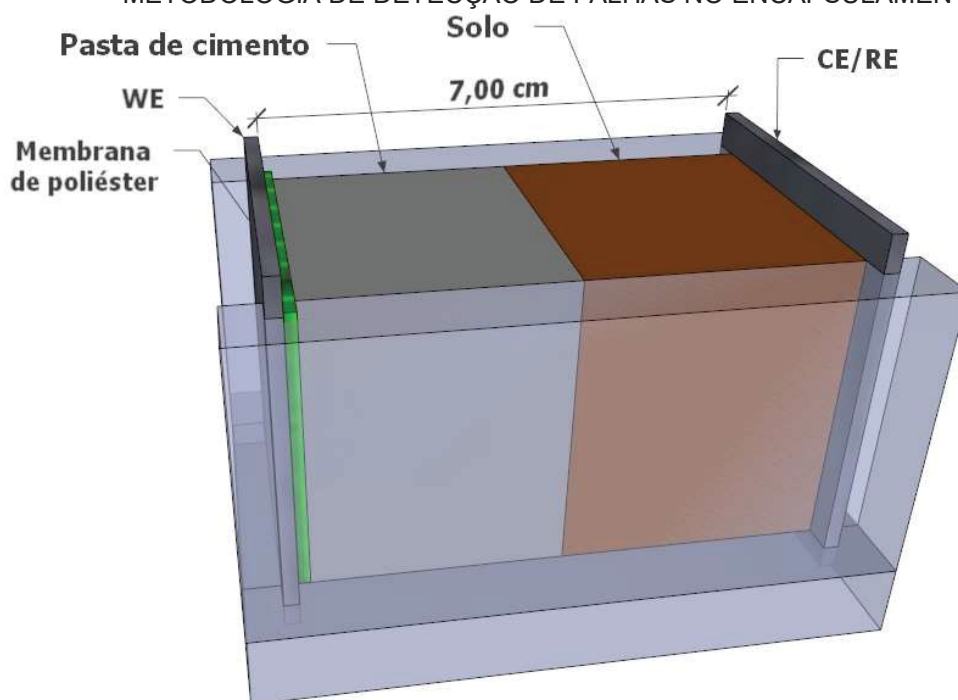
As análises de caracterização da pasta de cimento foram realizadas aos 28 e 90 dias, idades essas relacionadas ao processo de hidratação da pasta de cimento. As análises da falha do encapsulamento, foram realizadas a partir dos 90 dias de cura da pasta de cimento.

Na Etapa 2, os ensaios foram executados em uma célula de acrílico com dimensões de (7,00 x 4,00 x 3,05) cm (comprimento x largura x altura) com dois eletrodos de aço inoxidável AISI 304, onde o corpo de prova de pasta de cimento sem falhas foi colocado em contato com o WE, e o restante da célula foi preenchido com solo, ambos saturados com água, simulando a inexistência de falhas no encapsulamento. como pode ser visualizado na ilustração da FIGURA 14.

Para melhorar o contato entre a pasta de cimento e o WE foi colocada uma membrana de poliéster saturada com água potável entre eles, como recomendado na literatura<sup>72</sup>. A impedância dessa membrana foi descontada dos valores de impedância das amostras analisadas.

Esses ensaios foram realizados em duplicata nos três solos com diferentes corrosividades (EC, LC e NC).

FIGURA 14 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA E DOS CORPOS DE PROVA DE PASTA DE CIMENTO UTILIZADOS NA ETAPA 2 (SEM FALHA) DO DESENVOLVIMENTO DA METODOLOGIA DE DETECÇÃO DE FALHAS NO ENCAPSULAMENTO



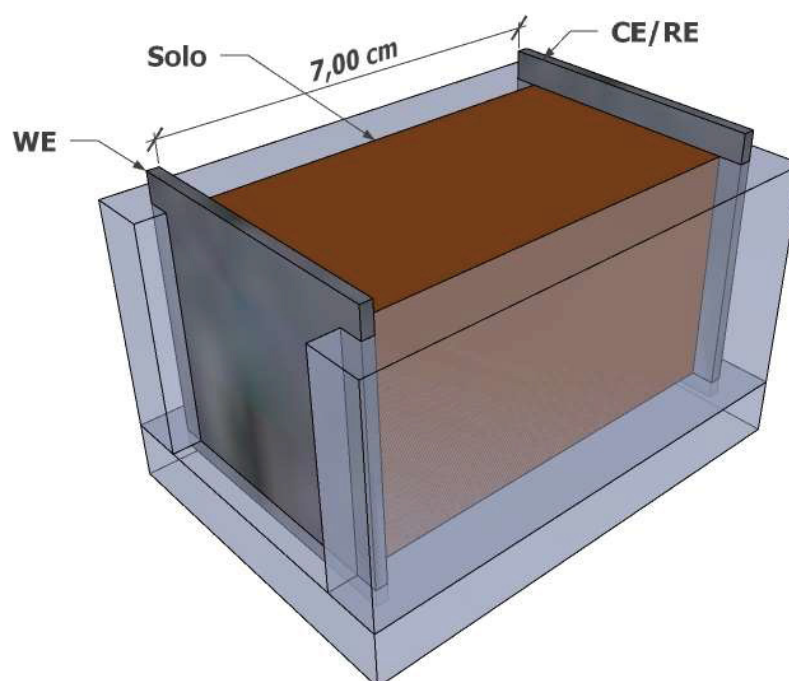
FONTE: O autor (2020).

Na Etapa 3, a célula foi totalmente preenchida com solo, FIGURA 15, visando simular uma falha no processo construtivo do encapsulamento em pasta de cimento e o contato direto do solo com o metal. O diâmetro dessa falha foi de 12,15 cm<sup>2</sup>.

A duração dos ensaios está relacionada à faixa de frequência e o número de pontos adquiridos por década de frequência. Nos ensaios realizados com a aquisição de 7 pontos por década, partindo de 5 MHz, a duração aproximada foi de 1 min e 40 s até a frequência de 1 Hz, 4 min até 0,1 Hz e 20 min até a frequência de 10 mHz.

Para analisar os dados de EIS foi utilizada a interface gráfica do usuário (GUI) chamada DRTtools, no software Matlab®, onde foi selecionada uma função gaussiana para realizar a discretização por função de base radial (RBF) dos dados de impedância real e imaginária obtidos por EIS. Também, foi selecionada a derivada de primeira ordem e foi utilizado o fator de regularização ( $\lambda$ )  $10^{-7}$ , que teve a melhor separação dos picos em relação aos outros fatores testados ( $10^{-3}$ ,  $10^{-5}$ ). Em relação ao formato dos picos foi selecionado o valor de referência de 0,5. Já, os gráficos foram feitos no software Origin® 2020.

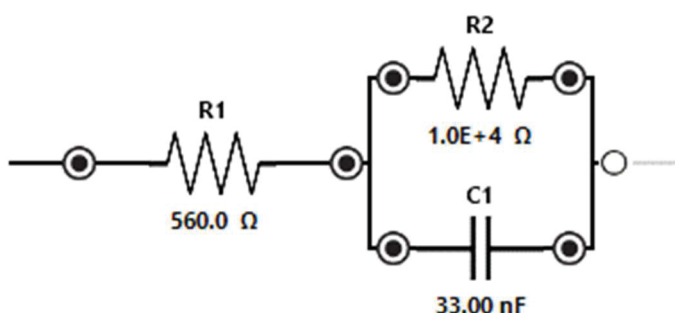
FIGURA 15 - ILUSTRAÇÃO DA CÉLULA UTILIZADA NO ENSAIO DE DETECÇÃO DE FALHA DE 12,15 cm<sup>2</sup> NO ENCAPSULAMENTO



FONTE: O autor (2020).

A verificação da exatidão dos dados obtidos por meio da interface gráfica do usuário DRTtools, foi realizada com um circuito de referência (dummy cell), composto por um resistor ( $R_1$ ) associado em série com a associação de um resistor ( $R_2$ ) e um capacitor ( $C_1$ ) em paralelo ( $R_1 - R_2 \parallel C_1$ ), como mostrado na FIGURA 16. O valor da frequência máxima de relaxação foi calculado pela Equação 8, e o seu inverso (constante de tempo) foi comparada com os valores obtidos por meio da interface DRTtools.

FIGURA 16 - CIRCUITO DE REFERÊNCIA UTILIZADO PARA VERIFICAR A EXATIDÃO DOS DADOS OBTIDOS PELA FERRAMENTA DRTtools



FONTE: O autor (2021).

#### 3.2.8.4 Potencial de circuito aberto (OCP)

As medidas de OCP das placas de aço galvanizado e com corrosão expostas ao solo extremamente corrosivo, foram feitas em uma célula eletroquímica de acrílico com as mesmas dimensões daquela mostrada na FIGURA 15, porém para o WE foram utilizadas placas de aço galvanizado, com espessura de galvanização de 100  $\mu\text{m}$ , e uma placa de aço carbono 1020 polida, já, como CE, foi utilizada uma placa de aço inoxidável. Essas medidas do OCP foram realizadas contra um SCE, localizado a 5 cm do WE, após 15 e 30 dias de exposição, utilizando o potenciostato/galvanostato Gamry Reference 600 +.

Nas medidas do OCP realizadas no sítio experimental (em escala reduzida) localizado na cidade Curitiba (PR), FIGURA 17, hastes de âncora com 40 cm de comprimento, íntegras (com a camada de galvanização) e corroídas, previamente encapsuladas em pastas de cimento (recobrimento de 1,0 cm) foram enterradas no solo, com um ângulo 45° em relação à superfície. Outras hastes de âncora, íntegras e com corrosão, com a mesma medida, foram enterradas diretamente no solo.



Para realizar as medidas o SCE foi posicionado a 5 cm de distância do ponto de entrada da barra no solo. Nessas medidas, o potenciostato/galvanostato Gamry Reference 600+ foi ligado a um inversor de onda senoidal pura e este a uma bateria.

FIGURA 17 - REGISTRO FOTOGRÁFICO DA MEDIDA DO OCP EM UMA HASTE DE ÂNCORA GALVANIZADA COM 40 cm ENTERRADA NO SÍTIO EXPERIMENTAL NA CIDADE DE CURITIBA



FONTE: O autor (2020).



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, foram apresentados os resultados obtidos nos experimentos de laboratório e em campo, de forma a obter subsídios para a avaliação do mecanismo de corrosão envolvido e desenvolvimento das técnicas NDT de resistividade elétrica do solo por EIS, detecção de falhas no encapsulamento cimentício descritas no capítulo anterior.

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Nas hastes de âncora que foram enviadas ao laboratório para a sua caracterização microestrutural e análises das possíveis causas da deterioração antecipada, verificou-se, por inspeção visual, que parte do lote (aproximadamente 15%) continha hastes com corrosão severa, 100% de perda da seção transversal (ruptura) e outras, com 30-80% de perda no diâmetro, como pode ser visualizado na FIGURA 18.

FIGURA 18 - REGISTRO FOTOGRÁFICO DE UMA SEÇÃO DA LT (ESQUERDA), COM DESTAQUE PARA O SISTEMA DE ANCORAGEM (CENTRO) E COM AS HASTES DE ÂNCORA COM CORROSÃO RETIRADAS DE CAMPO APÓS CAMPANHA DE MANUTENÇÃO PREVENTIVA (DIREITA)



FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

Também foi observado que algumas hastes de âncora tinham sinais de corrosão leve, sem perda no diâmetro e, a grande maioria (aproximadamente 80%), não apresentavam sinais de corrosão.

Em uma das hastes de âncora com corrosão severa foi encontrada uma pequena quantidade de solo aderido tanto no metal quanto nos produtos de corrosão, o que pode ser um indício de falhas no encapsulamento cimentício.

Nas hastes sem corrosão foram encontradas pequenas quantidades de pasta de cimento aderidas à superfície do metal. Tanto o solo quanto a pasta de cimento foram analisados para verificar o teor de íons solúveis.

#### 4.1.1 Composição química da haste de âncora

A avaliação do resultado da composição química da haste de âncora utilizada na LT com teores apresentados na TABELA 2, indicou que o aço utilizado tinha um teor elevado de Mn quando comparado aos aços carbonos comuns, sendo classificado como um aço carbono de alto manganês, SAE 1526, segundo a Tabela 4, da norma ABNT NBR 87/2000<sup>99</sup>.

TABELA 2 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA HASTE DE ÂNCORA RETIRADA DE CAMPO

	Elementos (% massa)					
	C	Si	Mn	P	S	Fe
Haste de âncora	0,29	0,20	1,30	0,013	0,006	Balanço
SAE 1526 <sup>74</sup>	0.22-0.29	0.07-0.6	1.1-1.4	≤0.04	≤0.05	Balanço

FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

Teores de manganês acima de 1% são geralmente encontrados em aços estruturais, pois a adição desse elemento auxilia no aumento da resistência mecânica<sup>7</sup>. Esse efeito é benéfico, no sentido do material suportar elevadas solicitações mecânicas as quais as estruturas estão sujeitas, por exemplos em tempestades, com ventos de fortes intensidades<sup>7</sup>.

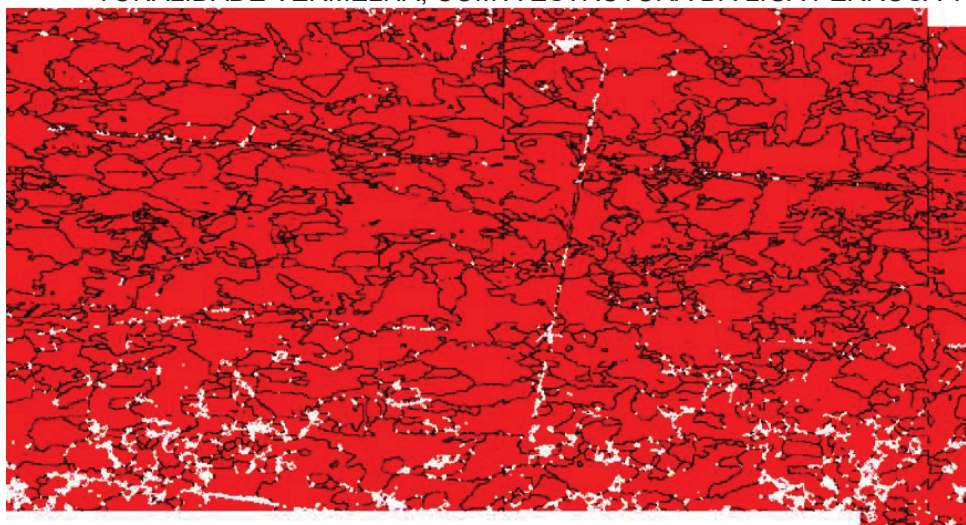
Ji et al. (2013), reportaram que nos aços com alto teor de manganês pode ocorrer a formação de microcélulas de corrosão na sua superfície, o que contribui para reduzir a sua vida útil<sup>56</sup>. Devido a isso, deve-se levar em consideração o compromisso em atender as especificações mecânicas e a resistência à corrosão em aços estruturais, uma vez que um material que resiste às elevadas solicitações mecânicas,

quando íntegro, pode vir a falhar prematuramente pela corrosão e comprometer a segurança da estrutura<sup>7,100</sup>.

#### 4.1.2 Microestrutura do aço da haste de âncora

Pelo mapeamento de fases via EBSD, pode-se constatar a presença de, aproximadamente, 85% de ferrita, ferro com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) (identificada em vermelho na FIGURA 19) o que indicou que o material da haste de âncora é um aço ferrítico. Os outros 15%, não identificados via EBSD, são de perlita (identificada em branco na FIGURA 19), que possivelmente não foram indexados por EBSD devido a sua estrutura composta de camadas alternadas de ferrita e cementita. Essa composição é similar à encontrada por Torbati-Sarraf (2020)<sup>101</sup> em uma amostra aço estrutural tratado termicamente.

FIGURA 19 - MICROESTRUTURA DA HASTE DE ÂNCORA COM AS ÁREAS INDEXADAS NA TONALIDADE VERMELHA, COM A ESTRUTURA DA LIGA FERROSA TIPO CCC



100 µm; BC+E1-3; Step=0.18 µm;

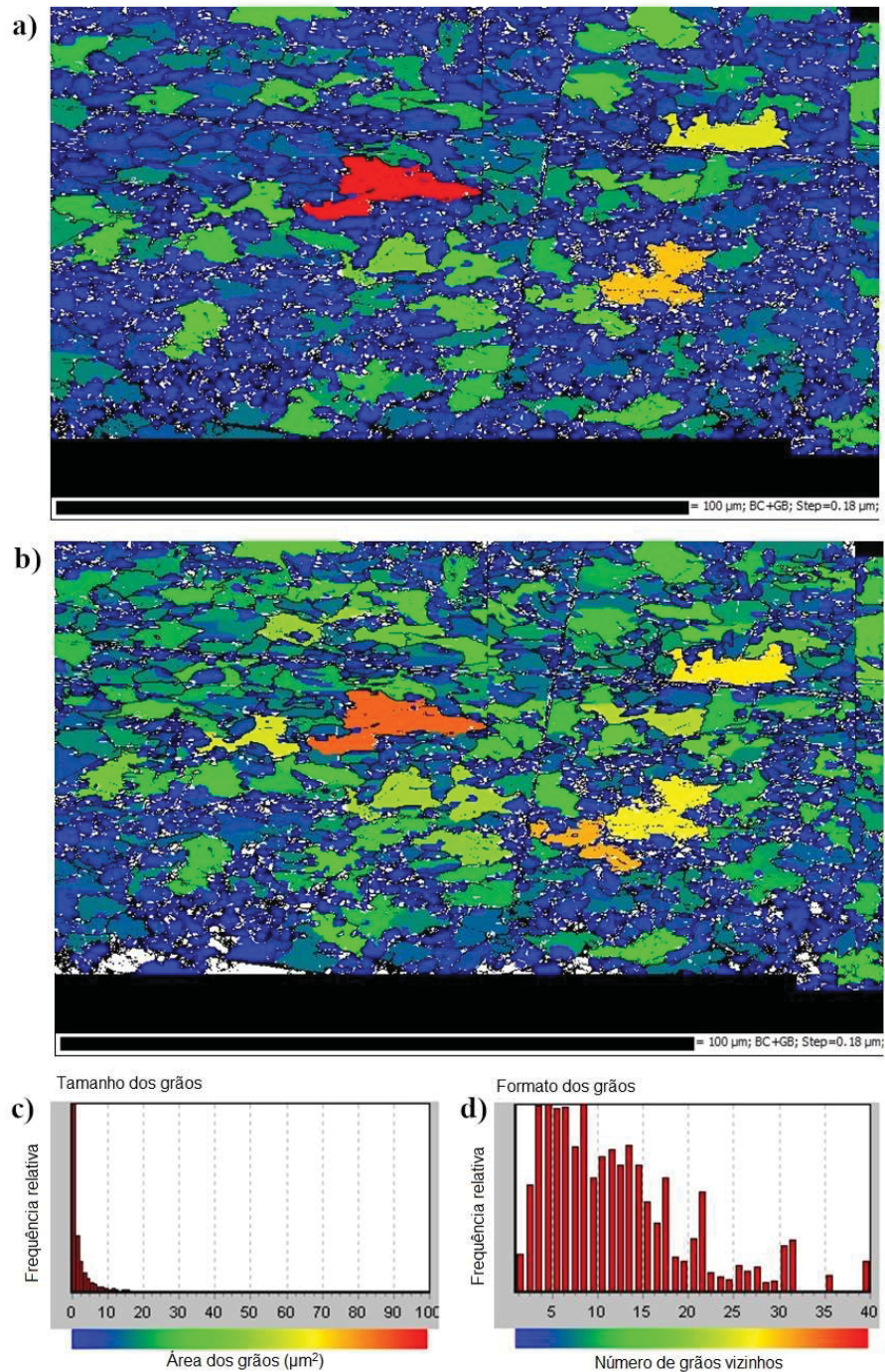
FONTE: O autor (2019).

Por meio dos mapas de tamanho e forma de grãos de EBSD, FIGURA 20, foi possível visualizar uma distribuição de grãos, neste caso, diferenciada em cores, onde segundo os histogramas (FIGURA 20C e FIGURA 20D) a cor azul, indicou os grãos com tamanho menor e mais alongados, e as cores em verde e vermelho indicaram a presença de grãos maiores e mais simétricos. Esses grãos foram considerados pequenos, variando entre 2 e 10 µm (FIGURA 20 C) pelo que se pode considerar ser



um aço com tratamento termomecânico, com o objetivo principal de aumentar a sua resistência mecânica. Este fato corroborou com o relatado por Torbati-Sarraff et al. (2020)<sup>101</sup> que identificou a presença de grãos de tamanho pequeno ( $8,6 \mu\text{m}$ ) em aços estruturais tratados termicamente.

FIGURA 20 – MAPAS DE DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO E FORMATO DOS GRÃOS (a, b); HISTOGRAMAS COM AS CORES DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO E DO FORMATO DOS GRÃOS DA HASTE DE ÂNCORA ANALISADA (c, d)

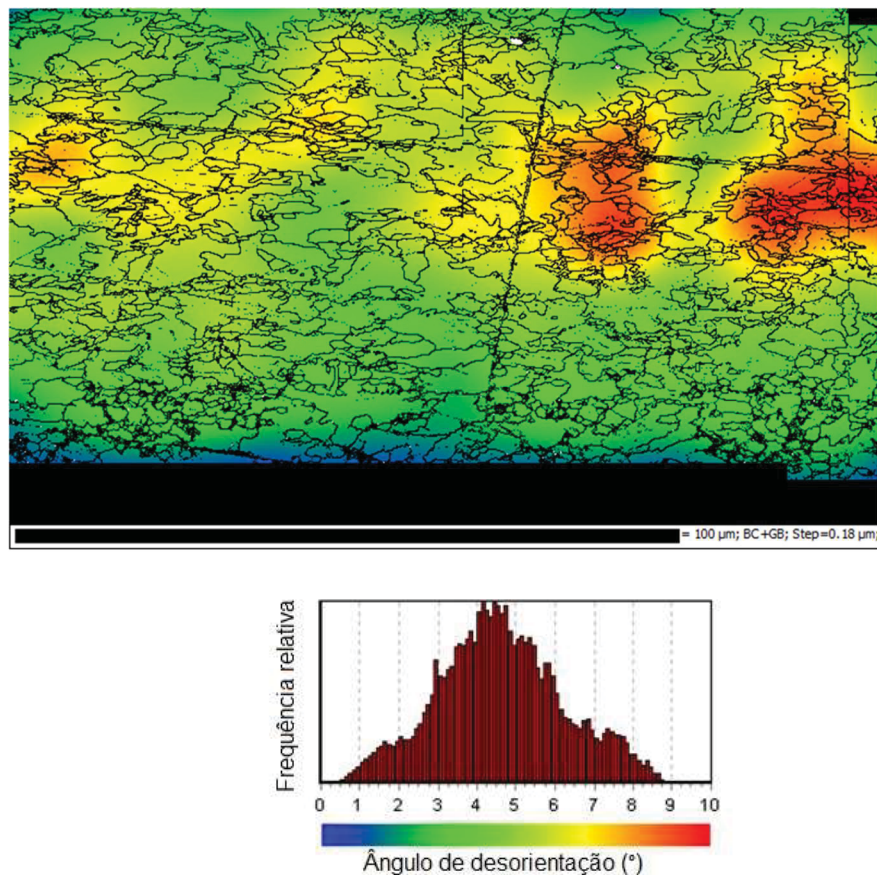


FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

Apesar do refinamento dos grãos geralmente estar associado ao aumento na resistência mecânica e no alívio de tensões nos aços, também ocorre o aumento da densidade de contornos de grãos e, conseqüentemente, da reatividade da superfície<sup>102</sup>. Isso pode levar ao aumento da taxa de corrosão, como foi observado por Soleimani et al. (2020)<sup>103</sup>, que relataram um aumento da corrente de corrosão com a redução dos tamanho dos grãos abaixo de 22  $\mu\text{m}$ <sup>103</sup>.

Na análise do mapa de contorno de deformação (FIGURA 21) foram evidenciadas as regiões onde os grãos encontraram-se mais deformados (em vermelho) e as áreas em que os grãos continham baixa ou nenhuma deformação (azul e verde). No histograma da FIGURA 21 é possível visualizar a distribuição da desorientação máxima entre dois pontos de cada grão por meio da aplicação de um filtro gaussiano. No mapa foi possível identificar as regiões com maior intensidade de deformação. Altas densidades de deformação nos grãos podem ser consideradas áreas preferenciais para o início da corrosão<sup>104,105,106</sup>.

FIGURA 21 - IMAGEM EM MAPA, POR FEG-SEM/EBSD, DO CONTOURO DE DEFORMAÇÃO DOS GRÃOS E O HISTOGRAMA DA DESORIENTAÇÃO DOS GRÃOS DO AÇO DA HASTE DE ÂNCORA



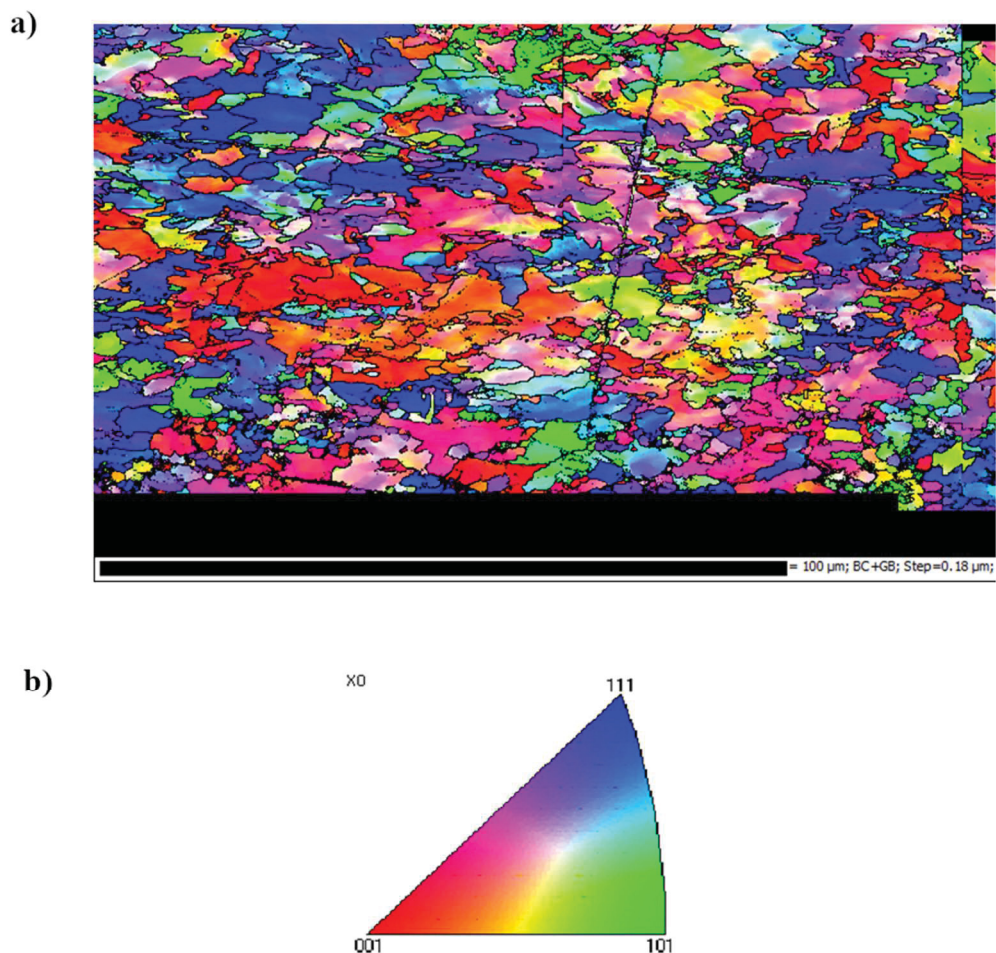
FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.



Essas regiões mais deformadas são, geralmente, mais suscetíveis à corrosão, pois apresentam uma maior concentração de tensões. Sendo assim, é possível a formação de microcélulas de corrosão, onde as regiões com maior deformação serão preferencialmente as áreas anódicas e as regiões com menor deformação as áreas catódicas<sup>28,44</sup>.

Na análise das direções cristalográficas obtidas por meio da avaliação do mapa de polo inverso, plotado em relação a direção X da amostra, não foi encontrada uma orientação cristalográfica preferencial, mas foi possível observar que as direções [001] e [111] em vermelho e azul (FIGURA 22) foram as predominantes na imagem.

FIGURA 22 - FEG-SEM/EBSD MAPA (a) E FIGURA (b) DE POLO INVERSO DAS DIREÇÕES CRISTALOGRAFICAS PRESENTES NO AÇO DA HASTE DE ÂNCORA



FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

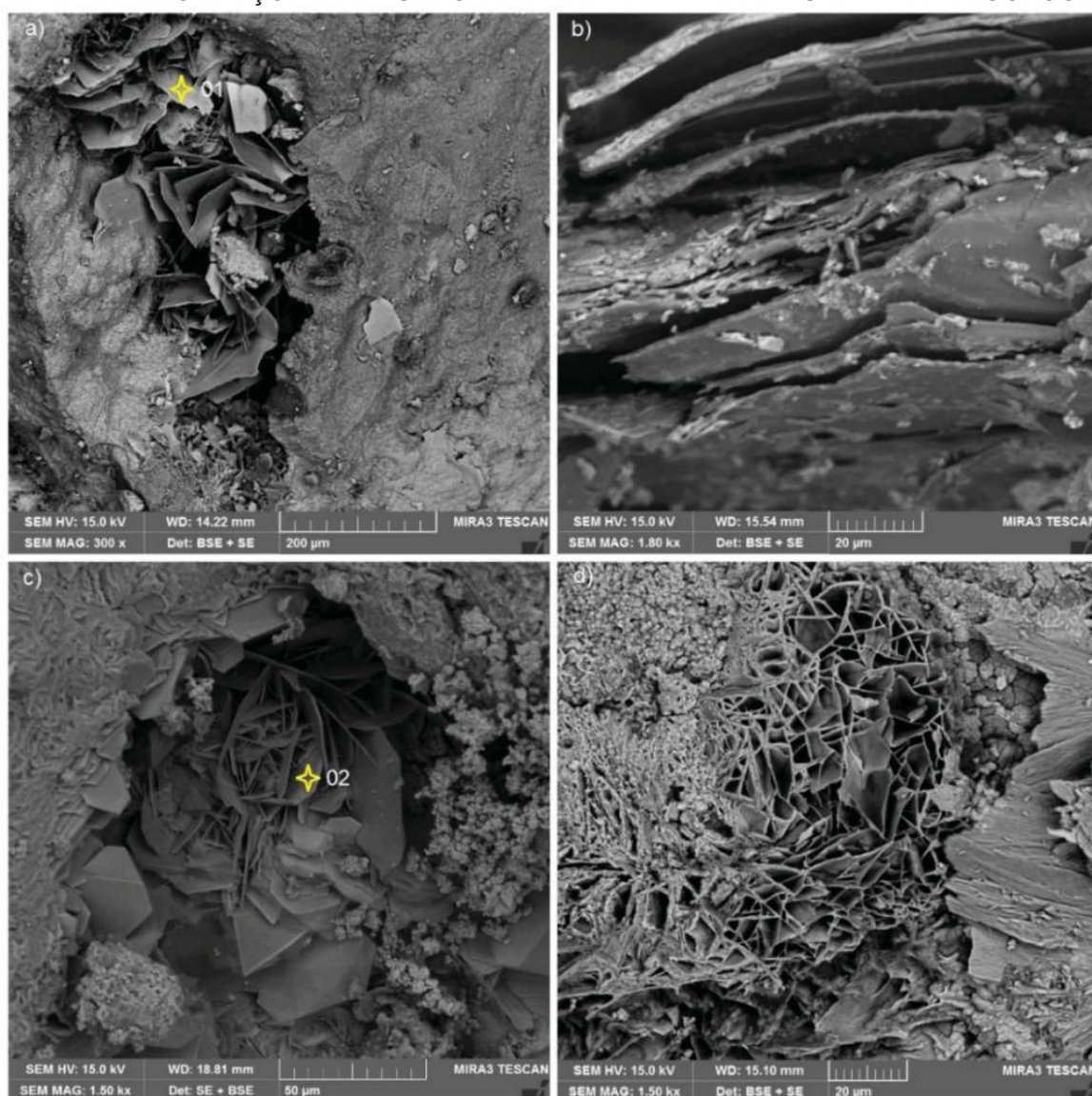
Além disso, essas direções foram identificadas na literatura como as de maior suscetibilidade à corrosão, em relação à direção [101]<sup>61,107</sup> (em verde). No entanto,

não foi possível afirmar que a dissolução anódica do ferro no solo ocorreu preferencialmente nessas regiões pois não foram realizados estudos dessa natureza.

#### 4.1.3 Caracterização dos produtos de corrosão

As características morfológicas dos produtos de corrosão encontrados na seção transversal das hastes de âncora, estão mostradas nas FIGURA 23 (a-b) e da superfície da haste nas FIGURA 23 (c-d). Formações do tipo laminar atribuídas à lepidocrocita ( $\gamma - FeOOH$ )<sup>108</sup> foram encontradas em ambas as amostras analisadas.

FIGURA 23 - MICROGRAFIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL (a-b) E SUPERFÍCIE (c-d) COLETADO DE UMA HASTE DE ÂNCORA COM CORROSÃO, RETIRADA DO SOLO EC, COM FORMAÇÕES EM MULTICAMADAS E LAMINAR ATRIBUIDAS A LEPIDOCROCITA



FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

Formações laminares no formato de “pétalas de flores” (FIGURA 23c) e “favos de mel” (FIGURA 23d), foram observadas na superfície da haste, e no formato de multicamadas empilhadas (FIGURA 23b) foram visualizadas na seção transversal. Essas características morfológicas também foram vistas na parte superficial de aços expostos a ambiente marinhos<sup>108,109,110</sup>.

As composições semi-quantitativas obtidas pelo detector EDS, da seção transversal e da superfície nas áreas destacadas nas FIGURAS 23a (1) e 23c (2) podem ser visualizadas na TABELA 3. Além do ferro e oxigênio, foi encontrado cloro nas áreas analisadas, sendo este possivelmente presente na forma de íon cloreto. Este fato está de acordo como o que foi reportado por Zhang et al. (2011)<sup>62</sup>, que identificou a  $\gamma - FeOOH$  como principal produto de corrosão em ambientes contendo cloreto e sulfato.

Esse aumento do teor de íons cloreto na superfície do metal também foi observado por Wasim et al. (2021)<sup>111</sup>, que atribuiu a origem à difusão dos íons presentes no solo.

TABELA 3 - COMPOSIÇÃO SEMIQUANTITATIVA DOS PRODUTOS DE CORROSÃO (% MASSA) DA ÁREA DESTACADA NA FIGURA 23, SENDO: 01 – SEÇÃO TRANSVERSAL, E 02, SUPERFICIAL À BARRA

Identificação	Elementos (% massa)		
	Fe	O	Cl
01	58,0 ± 0,3	34,5 ± 0,3	7,5 ± 0,1
02	58,9 ± 0,6	30,9 ± 0,5	10,2 ± 0,3

FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

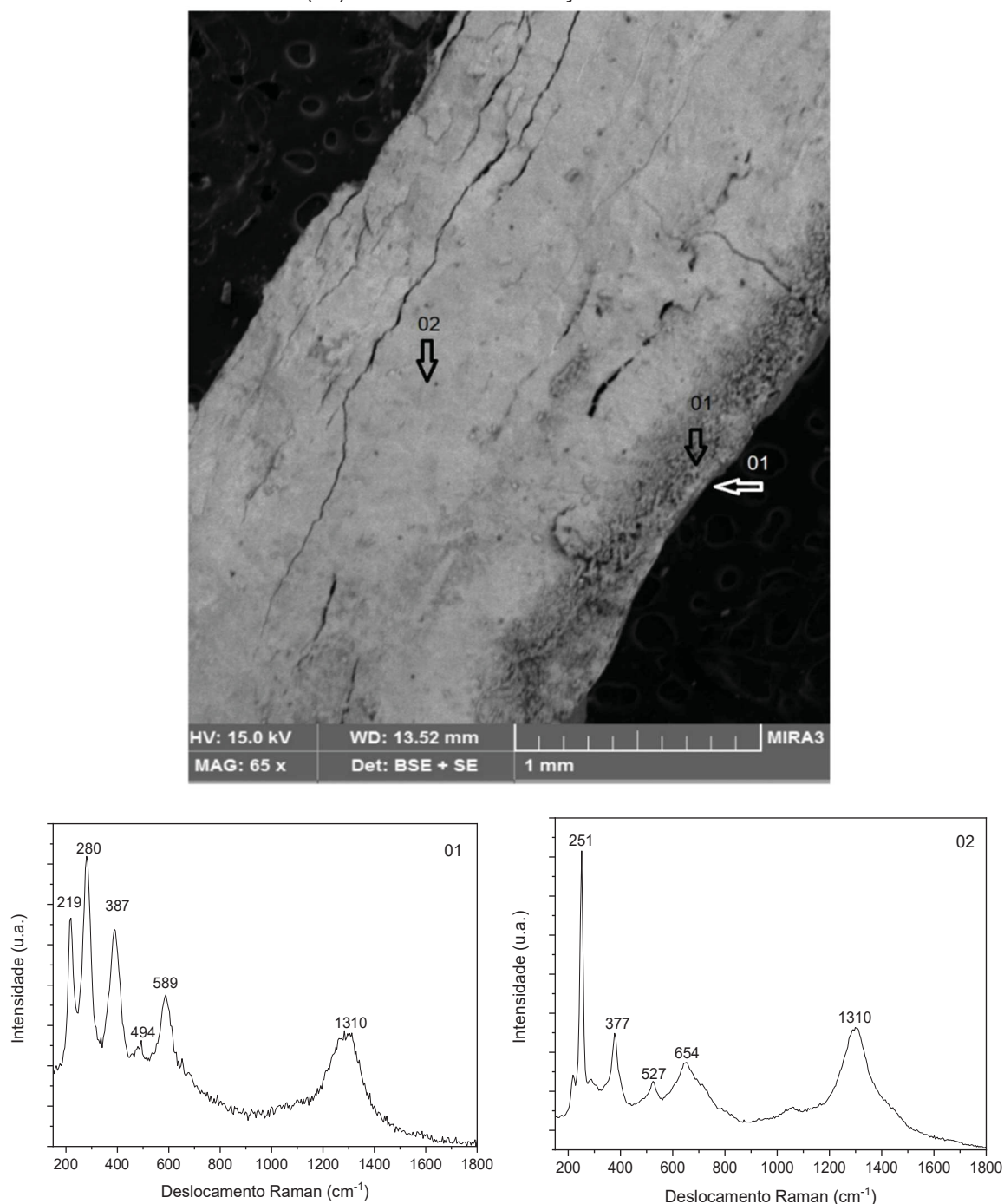
Uma parte do produto de corrosão retirado de uma haste de âncora corroída instalada no solo extremamente corrosivo (EC) e os espectros de Raman obtidos pela análise da superfície e da parte interna desse material estão mostrados na FIGURA 24. Foi identificada a presença de hematita na superfície, e lepidocrocita na parte mais interna, por meio da comparação com a posição dos picos encontrados na literatura (TABELA 4).

A presença de lepidocrocita foi identificada tanto na parte interna quanto na superfície analisada, assim como, nas análises das características morfológicas por MEV. No entanto, a hematita não foi identificada pelas avaliação das características morfológicas por MEV, devido ao fato dessas estruturas, de formato octaédrico,



possuírem tamanho aproximado de 0,1-1,0  $\mu\text{m}$  e, portanto, não podendo ser observadas nas imagens com ampliação de 1500 vezes<sup>112</sup>.

FIGURA 24 - SEÇÃO TRANSVERSAL DE UM FRAGMENTO DE PRODUTO DE CORROSÃO RETIRADO DA SUPERFÍCIE DA HASTE DE ÂNCORA E ESPECTRO RAMAN DA SUPERFÍCIE (01) E INTERIOR DA SEÇÃO ANALISADA



FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

TABELA 4 - FAIXAS DE DESLOCAMENTOS RAMAN ( $\text{cm}^{-1}$ ) NO QUAL OS PICOS SÃO USUALMENTE POSICIONADOS NA LITERATURA

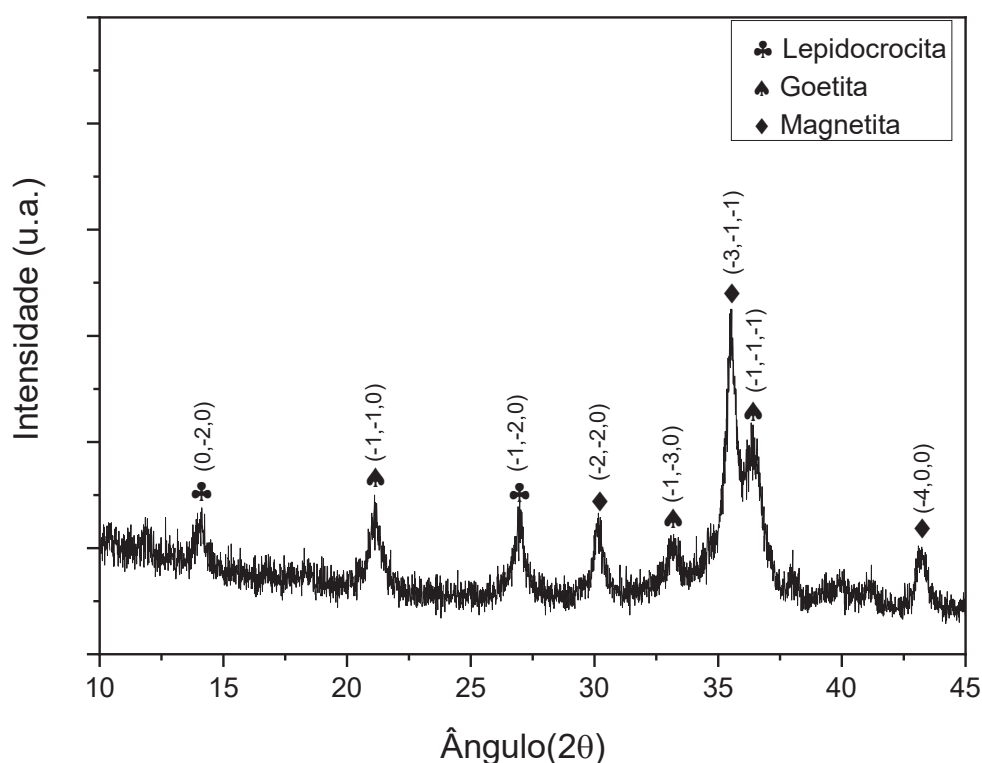
Composto	Deslocamentos Raman ( $\text{cm}^{-1}$ )	Referências
Lepidocrocita ( $\gamma\text{-FeOOH}$ )	(248–252)*, ( <u>378–380</u> ), (528–530), (650–655), (1300–1310)	62,63,108,113,114,115
Goetita ( $\alpha\text{-FeOOH}$ )	(241–250), (298–301), (385–390)*, (478–483), (549–552), (680–685), (1000–1120)	62,63,108,113,114,115
Hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ )	(220–228)*, (240–247), (289–299)*, (400–415)*, (497–502), (609–615), (1320–1330)	62,63,108,113,114,115
Magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )	(298–302), (540–550), (663–670)*	62,63,108,113,114,115

FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

Nota: \* pico mais intenso; sublinhado: segundo pico mais intenso.

Na análise do produto de corrosão na forma de pó por meio da técnica de DRX foram identificados lepidocrocita, goetita e magnetita como principais constituintes da camada aderida à superfície da haste de âncora, como mostrado na FIGURA 25.

FIGURA 25 - DIFRATOGRAMA DE RAIOS X DOS PRODUTOS DE CORROSÃO COLETADOS NA SUPERFÍCIE DA HASTE DE ÂNCORA ENTERRADA NO SOLO EC



FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

A caracterização dos produtos de corrosão por espectroscopia Raman e DRX evidenciaram a presença de oxi-hidróxidos de ferro como a lepidocrocita e goetita, o

que corroborou com os resultados da literatura que descrevem a formação desses produtos em ambientes contendo íons cloreto e sulfato<sup>62,64,108</sup>.

A presença de magnetita foi observada somente na análise de difração de raios X dos produtos de corrosão na forma de pó, pois esta geralmente é encontrada nas camadas mais internas dos produtos de corrosão<sup>109</sup>. A sua formação geralmente ocorre em ambientes com baixa disponibilidade de oxigênio, onde a  $\gamma - FeOOH$  pode ser transformada em magnetita ( $Fe_3O_4$ )<sup>109</sup>.

A goetita ( $\alpha - FeOOH$ ) é um produto de corrosão mais instável, sendo considerada uma fase intermediária, que pode ser transformada em produtos mais estáveis como a hematita ( $Fe_2O_3$ )<sup>109</sup>. Essas transformações levam à formação de diferentes camadas que podem alterar a cinética de corrosão<sup>62,109</sup>.

Essas técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho tiveram resultados complementares e sua utilização, em conjunto, auxiliou na identificação dos principais produtos de corrosão presentes na haste de âncora instalada no solo EC. A lepidocrocita foi considerada como o principal produto de corrosão, identificada tanto pela análise das características morfológicas dos produtos de corrosão por MEV, quanto pelas análises de caracterização de espectroscopia Raman e DRX.

#### 4.1.4 Caracterização das pastas de cimento aderidas às hastes de âncora

Nas hastes de âncora retiradas de campo foram encontrados vestígios de depósitos de pasta de cimento aderidas ao metal. O teor de íons cloreto livres nesse material variou entre 0,03 e 0,10% nas 3 amostras analisadas. O maior valor foi encontrado na haste de âncora instalada no solo EC.

Devido, principalmente, a diferentes métodos de medida e materiais não há consenso na literatura sobre o valor crítico de íons cloreto livres para a despassivação do metal<sup>116</sup>. Os teores encontrados na pasta de cimento estão abaixo dos resultados obtidos por Meira et al. (2014)<sup>117</sup>, que reportou o valor crítico de cloreto entre 0,88-1,58% em peso de cimento para a despassivação do metal no concreto em ambiente marinho natural.

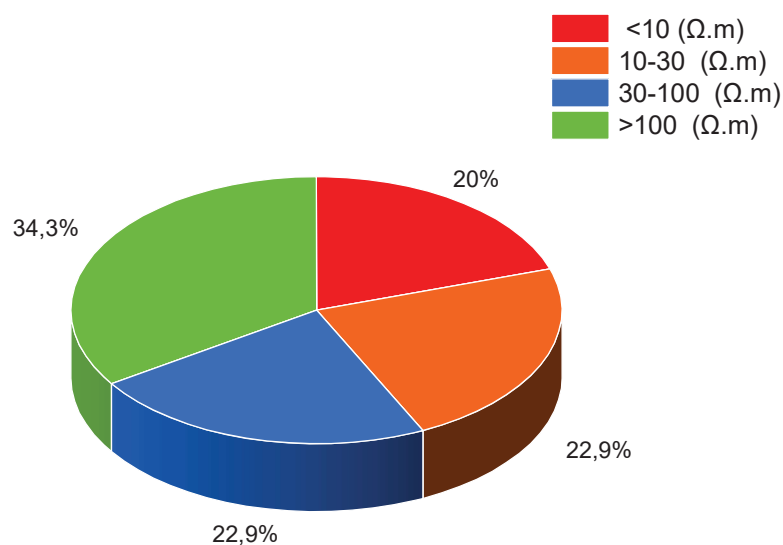
#### 4.1.5 Caracterização dos solos

A investigação da corrosividade dos solos foi procedida em virtude da ocorrência de solo junto ao metal e da elevada concentração de íons nos produtos de corrosão,

As características do solo variaram ao longo da LT quanto à composição, pH, íons solúveis e resistividade. Na FIGURA 26, está apresentada a distribuição da resistividade do solo em diferentes faixas nas 35 amostras de solo analisadas.

Por meio da inspeção visual, realizada em hastes de âncora retiradas de campo após campanhas de manutenção (TABELA 5) foi observado que as torres que tinham pelo menos uma haste de âncora com corrosão severa (perda de seção transversal) estavam instaladas majoritariamente (75%) em solos classificados como EC. Um caso de corrosão severa foi identificado em um solo considerado corrosivo, com resistividade elétrica de 12,79  $\Omega.m$ , porém, com valor muito próximo daqueles considerados extremamente corrosivos (EC) (resistividade elétrica  $<10,00 \Omega.m$ ). Devido a este fato, casos similares desta concentração encontrada, foram classificados na literatura como sendo de solo muito corrosivo, na faixa de 10-30  $\Omega.m$ <sup>34,118</sup>.

FIGURA 26 - DISTRIBUIÇÃO DA RESISTIVIDADE DO SOLO DA LT, NAS 35 AMOSTRAS ANALISADAS



FONTE: O autor (2021).

Das torres instaladas em solos EC, aproximadamente, 40%, não tinham casos de corrosão, possivelmente devido a proteção do encapsulamento cimentício. Já, naquelas instaladas em solos essencialmente não-corrosivos, com resistividade superior a 100  $\Omega$ .m, não foram encontrados casos de corrosão severa que pudessem comprometer a integridade do sistema de ancoragem e da estrutura, o que confirmou a relação entre a resistividade elétrica do solo e a sua corrosividade.

TABELA 5 - RESULTADOS DAS INSPEÇÃO VISUAL DAS HASTES DE ÂNCORA DAS TORRES ESTAIADAS DA LT DISPOSTAS EM SOLOS COM DIFERENTES RESISTIVIDADES

Resistividade do solo	Torres	Sem corrosão	Corrosão moderada	Corrosão severa
<10,0	5	2	0	3
10,0- 100,0 $\Omega$ .m	11	10	0	1
> 100,0 $\Omega$ .m	11	9	2	0
Total	27(100,0%)	21 (77.8%)	2 (7,4%)	4 (14,8%)

FONTE: O autor (2020).

Apenas 14,8% das torres analisadas apresentaram necessidade de manutenção imediata devido aos casos de corrosão severa no sistema de ancoragem, observados por meio da inspeção visual.

Nesse sentido, justificou-se conhecer as características do solo onde o sistema de ancoragem estava instalado, como a sua resistividade elétrica, além de verificar a presença de falhas no encapsulamento cimentício. Este fato mostra-se relevante principalmente, em solos com baixa resistividade. Na TABELA 6, estão listadas as características físico-químicas dos três solos selecionados para realizar o desenvolvimento da técnica de resistividade do solo por EIS e da metodologia de detecção de falha no encapsulamento cimentício.

As variações nos teores de cloretos sulfatos e nitrato, pH e resistividade do solo ao longo da LT foram utilizadas como parâmetro para avaliar a corrosividade do solo.

O solo levemente corrosivo (LC) nesse estudo foi classificado na literatura, segundo a sua resistividade elétrica, como corrosivo<sup>48</sup>.

As características do solo EC, onde foram observados os casos de corrosão severa nas hastes de âncora foram avaliadas até 2 m de profundidade. Com isso foram observadas alterações principalmente, no teor de íons cloreto e de resistividade, como pode ser visualizado na TABELA 7.

TABELA 6 - COMPOSIÇÃO E CARACTERÍSTICAS DE ALGUNS SOLOS RETIRADOS DA LT

Parâmetro	Solo EC	Solo LC	Solo NC
Pedregulho (%)	5,3	2,3	1,9
Areia (%)	73,3	70,2	85,3
Silte (%)	12,2	18,2	3,3
Argila (%)	9,2	9,3	9,5
pH	8,25	7,23	6,14
Cloreto (mg/kg)	1248,7	23	<5,0
Sulfato (mg/kg)	527,1	93	<5,0
Nitrato (mg/kg)	<5,0	15	13,2
Resistividade ( $\Omega.m$ )	4,28 $\pm$ 0,60	42,79 $\pm$ 1,42	202,52 $\pm$ 2,31

FONTE: O autor (2020).

Os valores de resistividade elétrica apresentam relação, principalmente, aos teores de cloretos, sendo maior para uma menor concentração deste íon aos 2 m de profundidade. O teor de nitrato foi medido, juntamente com os demais íons, entretanto os valores obtidos foram menores que o limite de quantificação de 5 mg/kg.

TABELA 7 - VARIAÇÃO DO pH, ÍONS CLORETO, SULFATO E RESISTIVIDADE DO SOLO EC, ATÉ 2 m DE PROFUNDIDADE

Profundidade (m)	pH	cloreto (%)	sulfato (%)	resistividade elétrica ( $\Omega.m$ )
0,40	8,25	0,12	0,05	4,28
0,80	8,20	0,16	0,05	3,71
1,20	8,22	0,12	0,05	4,14
1,60	8,29	0,10	0,06	4,04
2,00	8,27	0,07	0,06	5,67

FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

O teor de íons cloreto encontrado na pasta de cimento coletada em uma das hastes instaladas no solo EC, foi compatível com o valor encontrado no solo, indicando a ocorrência de um processo de difusão dos íons do solo para o interior dos poros da pasta de cimento. Já, nos produtos de corrosão os valores encontrados, na faixa de 7,5 – 10,2%, foram muito superiores àqueles encontrados no solo.

#### 4.1.6 Caracterização do solo aderido na haste de âncora

Em uma haste de âncora corroída retirada da torre localizada no solo EC, foi encontrada uma quantidade de solo aderido na superfície do orifício interno a aproximadamente, 2,5 m do início da haste, como mostrado na FIGURA 27. Os resultados mostraram no material valores de sais solúveis (cloreto e sulfato) em uma concentração superior (TABELA 8) aos encontrados no solo retirado próximo do local onde as hastes estavam enterradas (Solo EC), TABELA 6.

O aumento na concentração dos sais pode estar relacionado ao mecanismo de corrosão, pois em algumas formas ocorre o acúmulo de íons e alterações no meio conforme, já, reportado em um caso de corrosão do aço no solo<sup>111</sup>.

FIGURA 27 - AMOSTRA DE SOLO ADERIDO NA HASTE DE ÂNCORA ENTERRADA NO SOLO EC, RETIRADA DA LT APÓS CAMPANHA DE MANUTENÇÃO



FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

TABELA 8 - TEOR DE ÍONS CLORETO E SULFATO ENCONTRADOS NO SOLO ADERIDO À HASTE DE ÂNCORA RETIRADA DO SOLO EC DA LT

Identificação	Cloreto (%)	Sulfato (%)
Amostra 01	5,01	2,27
Amostra 02	5,28	2,38
Média	5,15	2,33
Incremento (%) *	7357	1667

FONTE: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

Nota: \*Incremento (%) da média em relação aos valores encontrados na TABELA 7 (2 m).

A presença do acúmulo de sais também foi observada nos produtos de corrosão, o que indica o envolvimento desses íons, provenientes do solo, no mecanismo de corrosão.

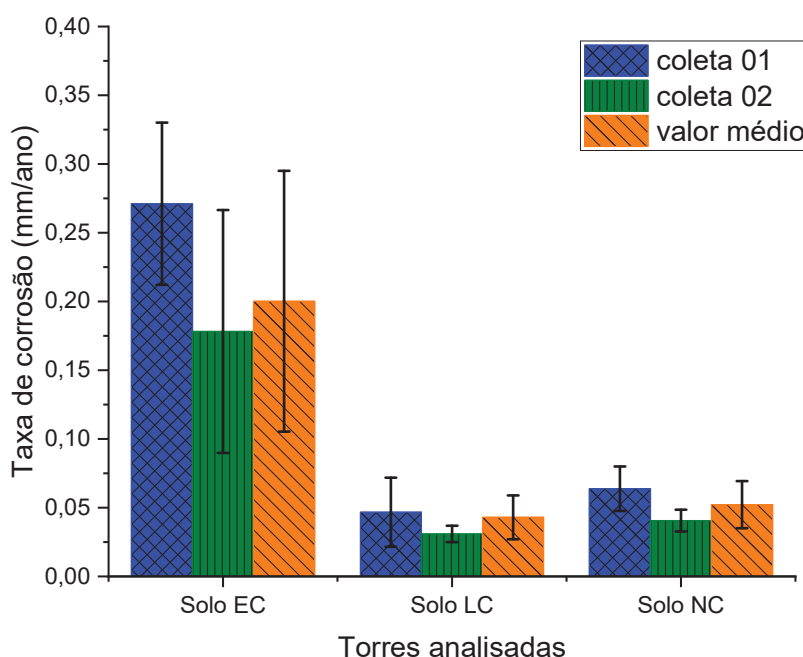
#### 4.1.7 Avaliação da corrosividade do solo em campo

A corrosividade do solo foi avaliada por meio da taxa de corrosão de cupons de aço carbono 1020, que foram utilizados como indicadores da corrosividade do solo. Na FIGURA 28, foi possível visualizar a taxa de corrosão em 3 torres da LT.

A taxa de corrosão no solo EC foi, aproximadamente, quatro vezes superior aos dos solos levemente corrosivo (LC) e não corrosivo (NC). Essas taxas no solo LC e NC foram consideradas estatisticamente iguais, segundo a análise de variância Anova.

A variação nos resultados, observada principalmente nos cupons instalados no solo EC, pode ser originada em variações pontuais na compactação e teor de íons no solo, próximo das hastes, onde os cupons foram instalados, pois essa torre tinha passado por uma manutenção recente para substituição das hastes de âncora. A variação no teor de íons foi observada na avaliação do perfil do solo realizada até a profundidade de 2 m (TABELA 7).

FIGURA 28 - TAXA DE CORROSÃO (mm/ano) DO AÇO CARBONO 1020 NO SOLO PRÓXIMO AO SISTEMA DE ANCORAGEM DE 3 TORRES DA LT EM ESTUDO DE CASO



FONTE: O autor (2020).



Considerando o valor de taxa de corrosão média de 0,20 mm/ano no solo EC obtida por meio dos cupons de corrosão, seriam necessários aproximadamente 110 anos para consumir uma haste de âncora com 22 mm de diâmetro. Entretanto, ao considerar a idade da LT (cerca de 15 anos) e o diâmetro útil da haste (22 mm), pode-se calcular para o local de análise da amostra do solo EC uma taxa de corrosão de aproximadamente 1,50 mm/ano. Essa diferença de 7,5 vezes possivelmente foi consequência da formação de células de concentração formadas em hastes com falhas no encapsulamento.

Como foi encontrado solo aderido à haste de âncora, pôde-se deduzir que houve falha no encapsulamento em pasta de cimento e, com isto, parte da haste metálica ficou exposta. Neste caso, o mesmo material ficou exposto a dois ambientes diferentes (solo e pasta de cimento), o que pode ter contribuído com o processo de corrosão, devido à diferença de potencial entre os dois ambientes com diferentes concentrações iônicas e pH. Esse mecanismo de corrosão é comum em materiais enterrados em solos com diferentes graus de compactação, ou expostos a diferentes materiais e teores de oxigênio<sup>47</sup>.

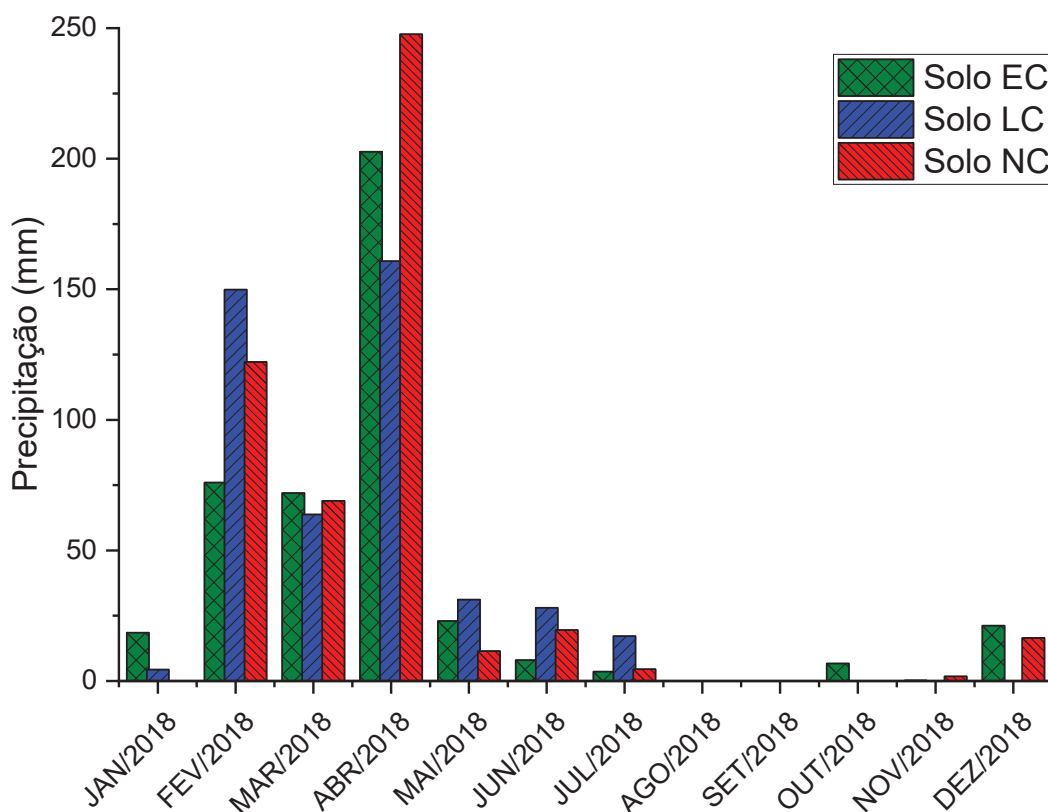
Outro fator relevante que pode ter contribuído para o aumento da taxa de corrosão foi a relação entre as áreas anódicas e catódicas, que está relacionada à densidade de corrente e à taxa de corrosão. Quanto maior a relação área encapsulada/área exposta, maior será a densidade de corrente e, consequentemente, a cinética de corrosão do metal. Como esse parâmetro não pode ser medido em uma estrutura enterrada no solo, sem o procedimento de inspeção visual, não foi possível mensurar com exatidão o impacto dessa variável.

Embora, não seja possível mensurar o tamanho das falhas no encapsulamento em relação à área total da haste, é possível que a sua grandeza seja um fator a ser considerado para o aumento da taxa de corrosão uma vez que já foi reportado na literatura que tanto a presença quanto o tamanho das falhas no meio cimentício afetam, não somente o período para o início da corrosão como, também, a sua intensidade <sup>58,59</sup>.

O desconhecimento da área exposta do metal ao solo foi um dos desafios para a utilização das técnicas eletroquímicas na avaliação da corrosão nessas estruturas em campo, pois na maioria dos casos, passa a ser necessário o conhecimento prévio da área do eletrodo (metal).

A diferença entre os resultados da coleta 01 e 02, observadas principalmente no aço instalado no solo EC e NC, foram devidas à sazonalidade no período de chuvas. As precipitações foram registradas principalmente no período da primeira coleta, como pode ser visualizado na FIGURA 29.

FIGURA 29 - PRECIPITAÇÃO (mm) NAS CIDADES ONDE FORAM INSTALADOS OS CUPONS DE CORROSÃO DURANTE O PERÍODO DE EXPOSIÇÃO



FONTE: INMET (2019).<sup>119</sup>

Essa sazonalidade no período de chuvas também pode ter contribuído para o processo de corrosão das hastes de âncora, uma vez que ciclos de molhagem e secagem são citados como um dos fatores para o aumento da velocidade nos processos de corrosão no solo e em meios cimentícios <sup>120,121</sup>.

Além disso, no ciclo de seca geralmente ocorre a formação de trincas no solo que podem facilitar o ingresso de oxigênio, e de íons no período de chuva<sup>122,123</sup>. Portanto, esses ciclos possivelmente contribuíram para a deterioração prematura, pela corrosão, das hastes de âncora de torres estaiadas de LT.

## 4.2 MECANISMO DE CORROSÃO

O processo de corrosão foi considerado como generalizado (uniforme) na seção transversal da haste em regiões contendo solo aderido, conforme análise metalográfica (FIGURA 30) podendo-se concluir pela ocorrência de falha no sistema de recobrimento ou de encapsulamento em pasta cimentícia.

Por meio da composição do material aderido foram observadas concentrações iônicas, principalmente, de cloreto e sulfato em teores superiores aos encontrados no solo onde essa haste estava instalada. Além disso, foram observadas concentrações ainda mais elevadas do íon cloreto nos produtos de corrosão, indicando a participação desses íons no processo. Entretanto, não foi observado a presença de corrosão por pites, muito comum nesse tipo de ambiente. Isso está de acordo com o reportado por Sohail et al. (2020) que indicaram a formação de pites metaestáveis na superfície do aço com teor de manganês similar ao das hastes de âncora analisado nesse estudo<sup>57</sup>.

FIGURA 30 - METALOGRAFIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL DE UMA HASTE DE ÂNCORA COM CORROSÃO UNIFORME

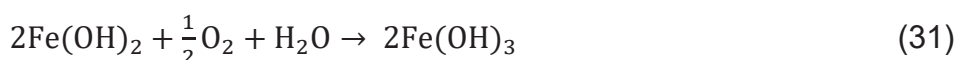


Fonte: Adaptado de MATOS et al. (2021)<sup>98</sup>.

A concentração do elemento cloro (possivelmente na forma de íon cloreto) nos produtos de corrosão foi cerca de 200% superior à encontrada no solo aderido à haste e cerca de 14571% (região 02) superior ao solo do entorno, o que pode indicar o seu envolvimento no mecanismo de corrosão do aço. Portanto, a dissolução do ferro em meio neutro ou alcalino, em presença de umidade e oxigênio (como ocorrido no solo com pH 8,2) pode ser descrito pela reação anódica e catódica presente nas Equações 28 e 29.



Neste caso, a formação dos produtos de corrosão na superfície do aço pode ocorrer por diversos mecanismos, conforme representada pelas reações nas Equações 30-32 com a formação da lepidocrocita em ambientes com pHs neutro a básico.



Ciclos de molhagem podem facilitar a reação da Equação 31 e ciclos de secagem a formação dos oxi-hidróxidos de ferro, como a lepidocrocita, a partir do  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  presente na Equação 32<sup>120</sup>.

As reações 28 a 32 podem ser simplificadas na Equação 33, onde a formação dos produtos de corrosão ocorre devido ao contato do metal com o oxigênio dissolvido no meio aquoso.



A lepidocrocita também pode ter sido formada a partir produtos de corrosão instáveis, como os sais de hidróxidos de  $\text{Fe}^{\text{II,III}}$  (*green rust*), que são oxidados a  $\text{FeOOH}$  na presença de  $\text{O}_2$  dissolvido<sup>124</sup>.

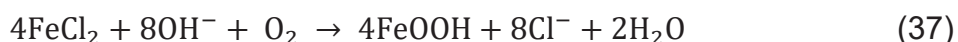
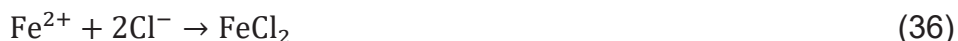
Já, em longos períodos de exposição a ambientes secos os oxi-hidróxidos de ferro podem se transformar em hematita por um processo similar a uma desidratação conforme a reação presente na Equação 34 <sup>120</sup>.



Em relação à magnetita, esta pode ser formada a partir da oxidação do  $Fe(OH)_2$  originado na reação da Equação 30, como descrito pela Equação 35.



Os íons presentes no solo podem ter atuado como catalisadores na formação de oxi-hidróxidos de ferro, sendo regenerados ao final da reação, como pode ser esquematicamente visualizado nas Equações 36-39<sup>32,64</sup>.



O acúmulo de íons no solo do entorno da haste, e nos produtos de corrosão podem estar correlacionados com esse mecanismo, pois a dissolução do ferro presente no aço leva a liberação de íons  $Fe^{2+}$  que ocasiona um excesso de carga positiva, que é restaurado pela difusão dos íons cloreto e sulfato para a superfície do aço, o que explica o aumento do teor desses íons nos produtos de corrosão e no solo aderido à haste de âncora corroída.

Esse mecanismo pode estar associado à deterioração antecipada do sistema de ancoragem das torres estaiadas nos locais de sua instalação, uma vez que o óxidos-hidróxidos de ferro, comuns na corrosão em ambientes com íons cloreto e sulfato, foram encontrados pelas análises de MEV, espectroscopia Raman e DRX. Além disso, foi constatado que os casos de corrosão severa ocorreram em solos com baixa resistividade elétrica, classificados como extremamente ou muito corrosivos segundo esse critério.

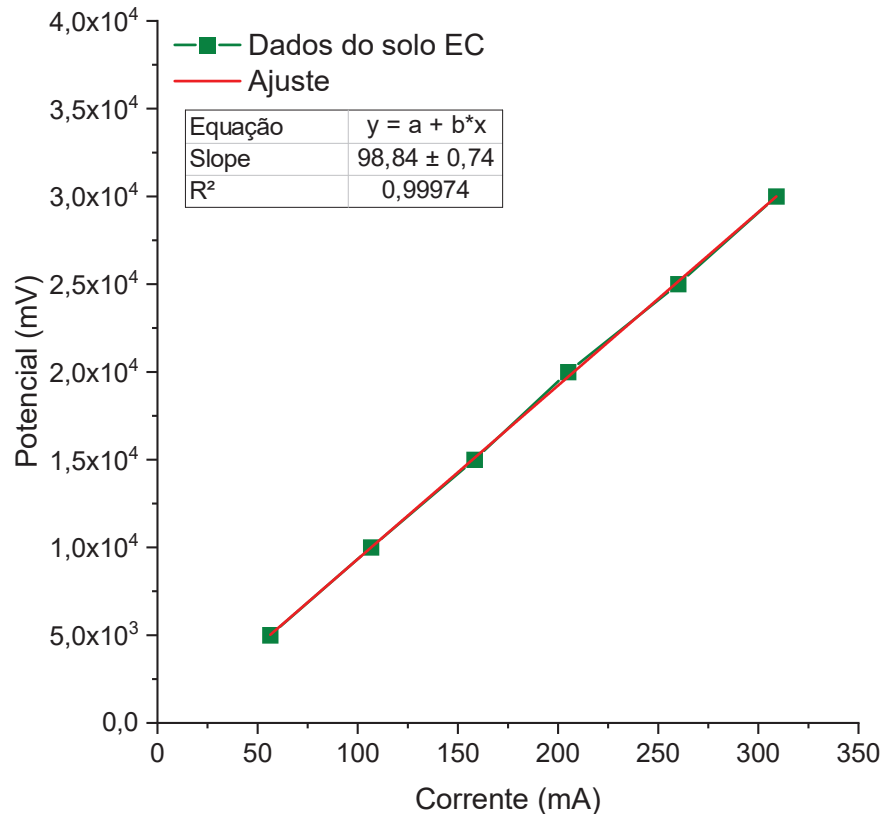
#### 4.3 ANÁLISE DA RESISTIVIDADE DO SOLO POR EIS

A resistividade dos três solos retirados da LT foi avaliada pelo método normatizado ASTM G187-18<sup>96</sup> e por meio da técnica de EIS. Nessa técnica, os valores de impedância real em altas frequências foram utilizados para o cálculo da resistividade do solo.

A curva de corrente vs. potencial para um dos ensaios da triplicata realizada no solo EC está presente na FIGURA 31. O coeficiente angular da curva (slope) foi de

$(98,84 \pm 0,74) \, \Omega$ , ou seja, este foi o valor da resistência do solo entre as duas placas do porta-amostra (*soil box*) o qual multiplicado pelo fator da célula (0,044 m) resulta na resistividade  $4,35 \, \Omega.m$ . O resultado médio obtido após as três análises realizadas foi de  $(4,28 \pm 0,60) \, \Omega.m$ .

FIGURA 31 – GRÁFICO DA CORRENTE VERSUS POTENCIAL PARA O SOLO (EC) REALIZADA SEGUNDO A NORMA ASTM G187-18<sup>96</sup>

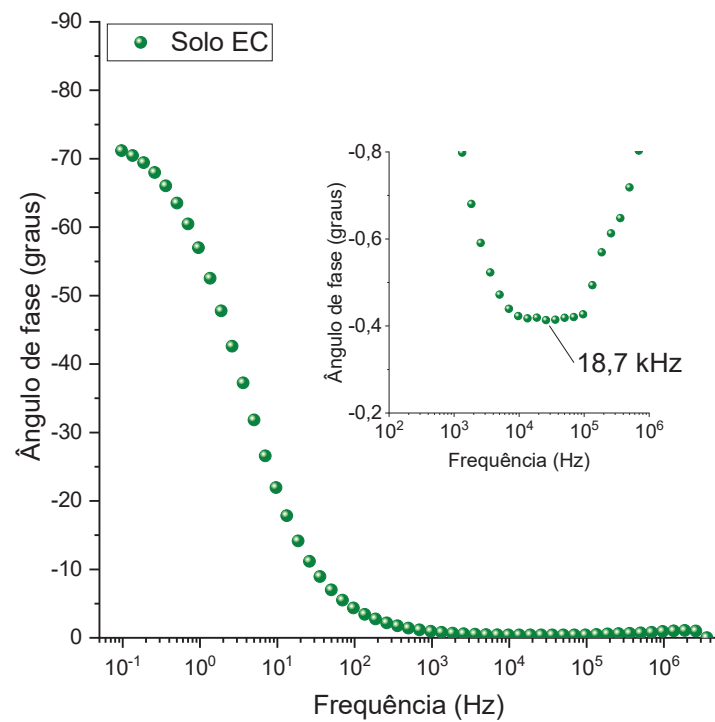


FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.

Na FIGURA 32, está ilustrado o diagrama de Bode para o solo EC, com destaque para a frequência onde foi encontrado o menor ângulo de fase. O valor de  $Z_{real}$  nessa frequência foi utilizado para o cálculo da resistividade por EIS.

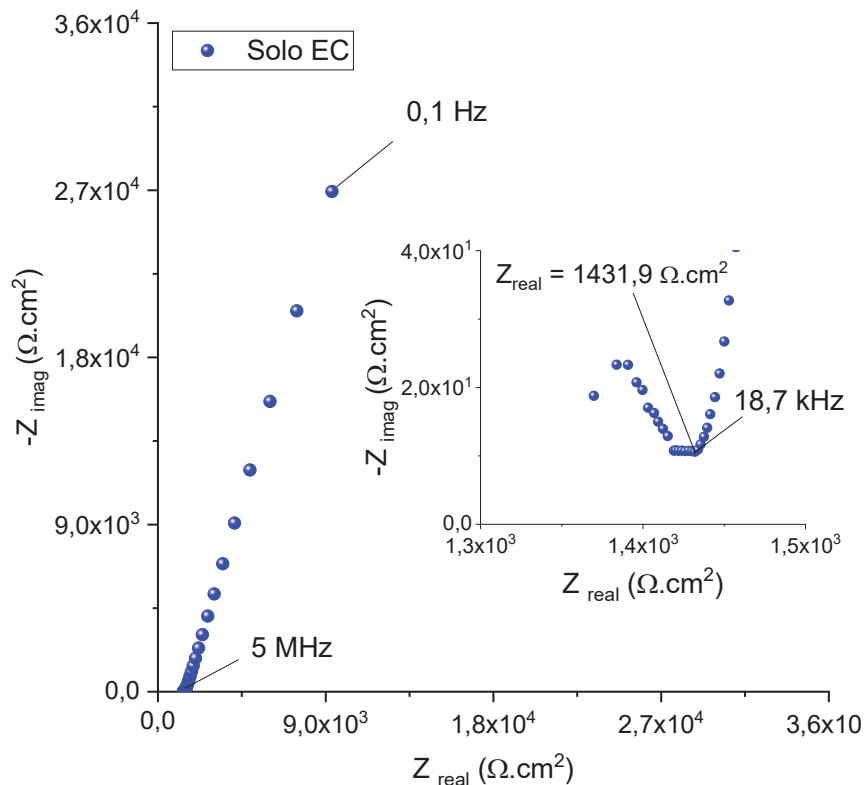
Na avaliação do diagrama no plano complexo da análise de EIS no solo EC, FIGURA 33, foi identificado na frequência de 18,7 kHz o valor de  $Z_{real}$  de  $1431,9 \, \Omega.cm^2$ , o que resulta em uma resistividade de  $4,38 \, \Omega.m$  para a análise realizada. O valor de  $(4,31 \pm 0,14) \, \Omega.m$  foi obtido após os ensaios da triplicata terem sido realizados.

FIGURA 32 - DIAGRAMA DE BODE DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO EC PELA TÉCNICA DE EIS, COM INFORMAÇÃO DA FREQUÊNCIA ONDE FOI ENCONTRADO O MENOR ÂNGULO DE FASE



FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.

FIGURA 33 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO EC PELA TÉCNICA DE EIS, COM INFORMAÇÕES DO VALOR DE ZREAL E A FREQUÊNCIA ONDE FOI OBTIDO

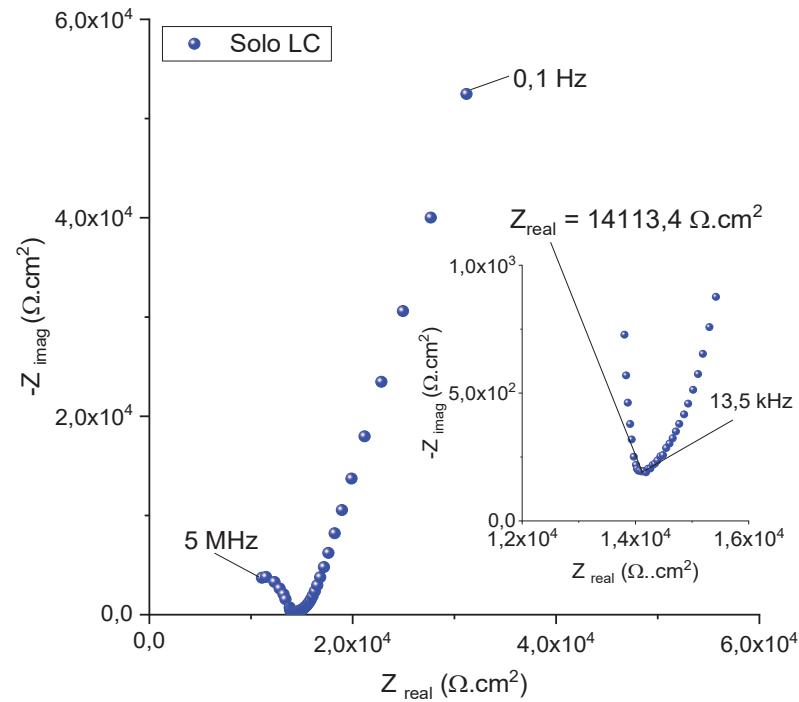


FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.



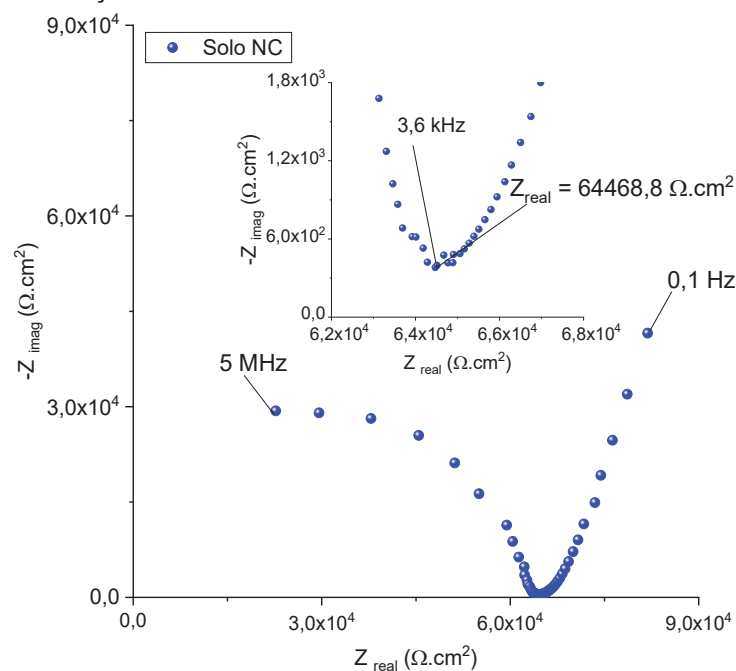
Nos diagramas no plano complexo para as amostras de solo LC e NC (FIGURA 34 e FIGURA 35), foi possível visualizar os valores de  $Z_{\text{real}}$  e a frequência onde foram obtidos o menor ângulo de fase na região em altas frequências (kHz).

FIGURA 34 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO LC, COM INFORMAÇÕES DO VALOR DE  $Z_{\text{REAL}}$  E A FREQUÊNCIA ONDE FOI OBTIDO



FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.

FIGURA 35 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE REALIZADA NO SOLO NC, COM INFORMAÇÕES DO VALOR DE  $Z_{\text{REAL}}$  E A FREQUÊNCIA ONDE FOI OBTIDO



FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.



O solo NC, foi a amostra com os maiores valores de resistividade elétrica em ambos os métodos utilizados, na faixa de 200  $\Omega$ .m. Por meio do ensaio de EIS, foi possível observar a presença de um semicírculo em altas frequências, possivelmente devido às características dielétricas do material. Além disso, o tamanho desse semicírculo foi menor no solo LC e EC, com menores valores resistividade elétrica, o que além de corroborar com essa hipótese, também foi reportado com outros materiais na literatura <sup>73</sup>.

Os resultados das análises realizadas nas três amostras de solo pelos dois métodos podem ser visualizados na TABELA 9. Esses valores foram considerados estatisticamente iguais, segundo a análise de variância.

TABELA 9 - RESULTADOS DE RESISTIVIDADE DE 3 AMOSTRAS DE SOLO PELO MÉTODO ASTM G187-18<sup>96</sup> E PELO MÉTODO PROPOSTO POR EIS

Parâmetro	Solo extremamente corrosivo ( <b>EC</b> )	Solo levemente corrosivo ( <b>LC</b> )	Solo não corrosivo ( <b>NC</b> )
Resistividade ASTM G187-18 <sup>95</sup> ( $\Omega$ .m)	4,28 $\pm$ 0,60	42,79 $\pm$ 1,42	202,52 $\pm$ 2,31
Resistividade EIS ( $\Omega$ .m)	4,31 $\pm$ 0,14	43,25 $\pm$ 0,83	198,91 $\pm$ 11,80

FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.

No solo EC e LC a dispersão dos dados foi menor na análise de resistividade pela técnica de EIS, já, no solo NC, de maior resistividade elétrica, esse comportamento foi obtido na técnica ASTM G187-18<sup>96</sup>. Possivelmente, isso foi consequência da menor amplitude utilizada na técnica de EIS (25 mV) em relação à técnica normatizada o que pode ter ocasionado dificuldades na passagem de corrente em solo mais resistivos.

Uma alternativa para contornar o efeito de dispersão dos resultados em solos mais resistivos seria a utilização de uma amplitude de sinal maior do que 25 mV. Porém, com isso, o critério de linearidade da técnica de EIS deixaria de ser atendido e devido a isso optou-se por não realizar testes em amplitudes maiores<sup>20,69</sup>.

Embora, tenham sido observadas variações no menor ângulo de fase em altas frequências para os solos com diferentes resistividades os valores foram considerados estatisticamente iguais aos obtidos pelo método normatizado. As informações sobre a qualidade dos dados de EIS utilizados para obter a resistividade do solo estão disponíveis no Apêndice 2.

Devido a essas variações foi avaliada a influência da escolha de frequências específicas (10,0 kHz e 1,0 kHz) para a análise de resistividade elétrica em relação

aos resultados que foram obtidos a partir  $Z_{\text{real}}$  no menor ângulo de fase, como pode ser visualizado TABELA 10.

Os resultados de resistividade elétrica do solo EC e NC foram considerados estatisticamente iguais segundo a análise de variância, tanto nas frequências fixas quanto para a frequência no menor ângulo de fase. No entanto, no solo LC o resultado na frequência de 1,0 kHz foi considerado estatisticamente diferente daquele obtido em 10,0 kHz e do menor ângulo de fase (13,5 kHz) por meio da análise de variância e do teste de Tukey.

O comportamento de aumento da resistividade com a redução da frequência, como observado no solo LC, foi anteriormente reportado na literatura<sup>126,127</sup>. Além disso, esse efeito é pouco pronunciado em materiais com alta condutividade (baixa resistividade) como o solo EC, o que condiz com os resultados obtidos, uma vez que nesse solo não foram observadas alterações nos resultados da resistividade elétrica com a variação da frequência<sup>127</sup>.

Em solos com valores de resistividade elétrica maiores, como o solo LC, foi observado o aumento desse parâmetro com a redução da frequência. Entretanto, esse aumento não foi perceptível no solo NC, de maior resistividade elétrica, possivelmente devido à dispersão dos resultados encontrados nessa faixa. Essa dispersão pode ser observada pelos valores de intervalo de confiança (95%) dos resultados em diferentes frequências.

TABELA 10 - RESULTADOS DE RESISTIVIDADE ELÉTRICA DE 3 AMOSTRAS DE SOLO POR EIS COM O CÁLCULO UTILIZANDO O VALOR DE  $Z_{\text{REAL}}$  NO ÂNGULO DE FASE MÍNIMO E NA FREQUÊNCIA DE 10,0 E 1,0 kHz

Parâmetro	Z real	Solo EC	Solo LC	Solo NC
Resistividade EIS ( $\Omega.m$ )	ângulo mínimo	4,31 $\pm$ 0,14	43,25 $\pm$ 0,83	198,91 $\pm$ 11,80
Resistividade EIS ( $\Omega.m$ )	10,0 kHz	4,32 $\pm$ 0,15	43,63 $\pm$ 0,69	197,80 $\pm$ 11,01
Resistividade EIS ( $\Omega.m$ )	1,0 kHz	4,37 $\pm$ 0,16	44,59 $\pm$ 0,70	199,49 $\pm$ 10,40

FONTE: Adaptado de Matos et al. (2020)<sup>125</sup>.

O aumento da resistividade elétrica com a redução da frequência pode ser causado pelas contribuições capacitivas do solo e da interface solo/eletrodos, uma vez que a reatância capacitiva é um fenômeno dependente da frequência. Isso corrobora com a literatura que indica frequências na ordem de kHz ou superiores para minimizar os efeitos dos eletrodos nas medidas de resistividade do solo<sup>127</sup>.

Como descrito na metodologia desse estudo, a duração do ensaio utilizando

a faixa de frequência de 5 MHz até 0,1 Hz foi de 4 min. Caso o ensaio fosse realizado até 1 Hz, sem perda de informações de resistência do solo, a duração seria de 1 min e 38 s possibilitando a obtenção da resistividade do solo em campo de maneira rápida e precisa, sem a necessidade de envio de amostras para laboratório.

Foram realizados alguns ensaios no sítio experimental na cidade de Curitiba (PR) para verificar a aplicabilidade da metodologia desenvolvida. Na FIGURA 36 está ilustrado o kit para a realização do ensaio em campo, composto por: aparato para amostragem de solo, potenciostato/galvanostato portátil, *soil box* e laptop, além da imagem da célula eletroquímica (*soil box*) preenchida com solo no momento da análise.

FIGURA 36 - REGISTRO FOTOGRÁFICO DO KIT PARA ANÁLISE DA RESISTIVIDADE DO SOLO EM CAMPO (ESQUERDA), E DA *SOIL BOX* PREENCHIDA COM SOLO NO MOMENTO DA ANÁLISE (DIREITA)



Fonte: O autor (2020).

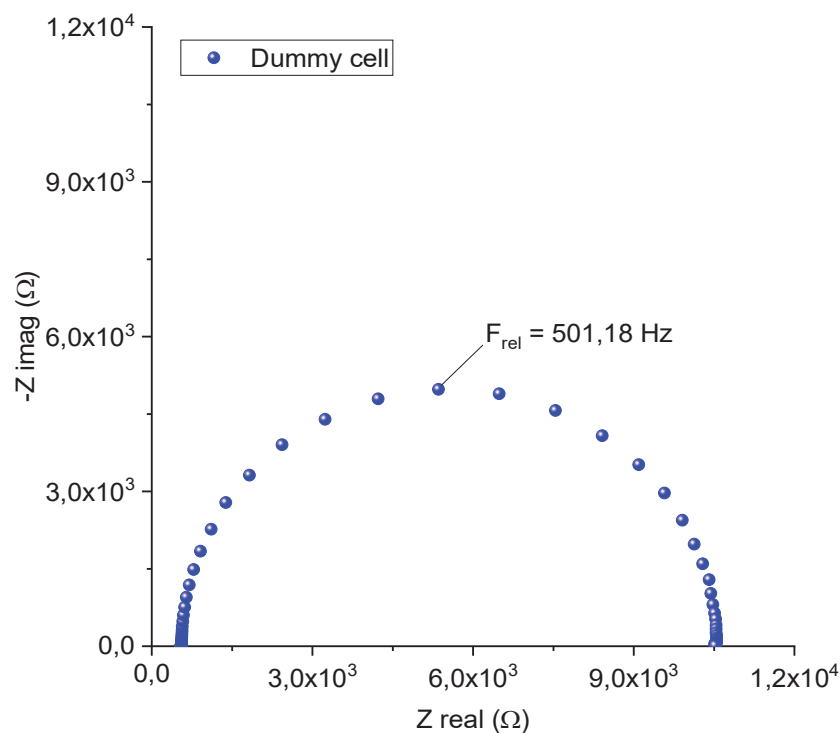
#### 4.4 VERIFICAÇÃO DA ACURÁCIA DA FERRAMENTA DRTTOOLS

A verificação da acurácia da ferramenta DRTtools na obtenção das constantes de tempo foi realizada por meio da análise de um circuito elétrico de uma dummy cell. Na FIGURA 41, está ilustrado o diagrama no plano complexo do circuito ( $R_1 - R_2 \parallel C_1$ ) apresentado na FIGURA 16.

O semicírculo presente na FIGURA 37, representa a resposta da impedância à passagem da corrente elétrica no circuito da dummy cell. Na parte superior está

indicada a frequência de relaxação ( $f_c$ ) que representa o ponto máximo da impedância imaginária, onde ocorreu a mudança do mecanismo de condução no circuito. Isto é devido ao fato da reatância capacitiva (inversamente proporcional a frequência) se tornar cada vez maior e a corrente começar a fluir preferencialmente pelo resistor  $R_2$  associado em paralelo ao capacitor  $C_1$ .

FIGURA 37 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA FREQUÊNCIA DE RELAXAÇÃO

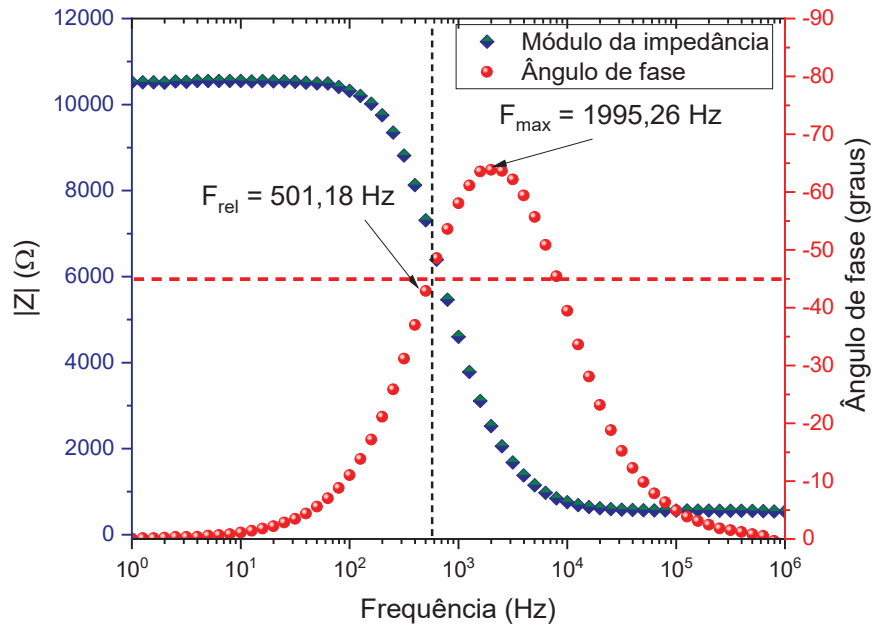


A identificação da frequência de relaxação também pode ser realizada por meio da análise do diagrama de Bode (FIGURA 38) no qual esse parâmetro não corresponde ao ponto máximo do ângulo de fase (1995,26 Hz) mas, onde ocorre a transição para valores de ângulo de fase menores que  $45^\circ$  (linha horizontal tracejada). Nesse caso, o valor obtido foi de 501,18 Hz, o mesmo encontrado na avaliação do diagrama no plano complexo.

O valor da frequência no ponto máximo do ângulo de fase somente coincide com a frequência de relaxação em circuitos R||C, ou quando o valor de  $R_s$  é muito pequeno e a relação  $R_s/R \ll 1$  é satisfeita. Caso contrário esses valores vão apresentar diferenças<sup>23,70</sup>.

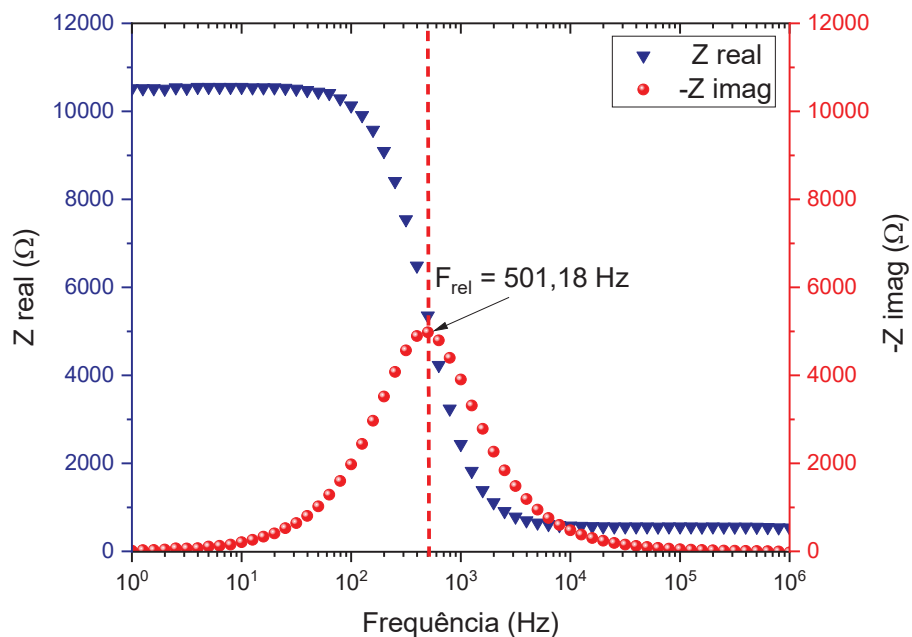
Devido a isso foi utilizado o diagrama da parte imaginária vs. frequência, (FIGURA 39) para a obtenção da frequência de relaxação, onde este corresponde ao ponto máximo da parte imaginária.

FIGURA 38 - DIAGRAMA DE BODE DA ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA FREQUÊNCIA DE RELAXAÇÃO E DA FREQUÊNCIA DO VALOR MÁXIMO DO ÂNGULO DE FASE



FONTE: O autor (2021).

FIGURA 39 - DIAGRAMA DA PARTE REAL E IMAGINÁRIA DA IMPEDÂNCIA VS. A FREQUÊNCIA DA ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA FREQUÊNCIA DE RELAXAÇÃO



FONTE: O autor (2021).

A frequência de relaxação encontrada pela análise gráfica foi 501,18 Hz e o seu inverso,  $3,17 \times 10^{-4}$  s, e corresponde ao valor da constante de tempo para esse circuito. No entanto, também foi possível obter o valor da frequência de relaxação do circuito elétrico ( $R_1 - R_2 \parallel C_1$ ), com valores de resistência e de capacitância conhecidos (FIGURA 16), utilizando a Equação 8. Nesse caso, foram obtidos a frequência de relaxação de 495,44 Hz e a constante de tempo de  $3,21 \times 10^{-4}$  s.

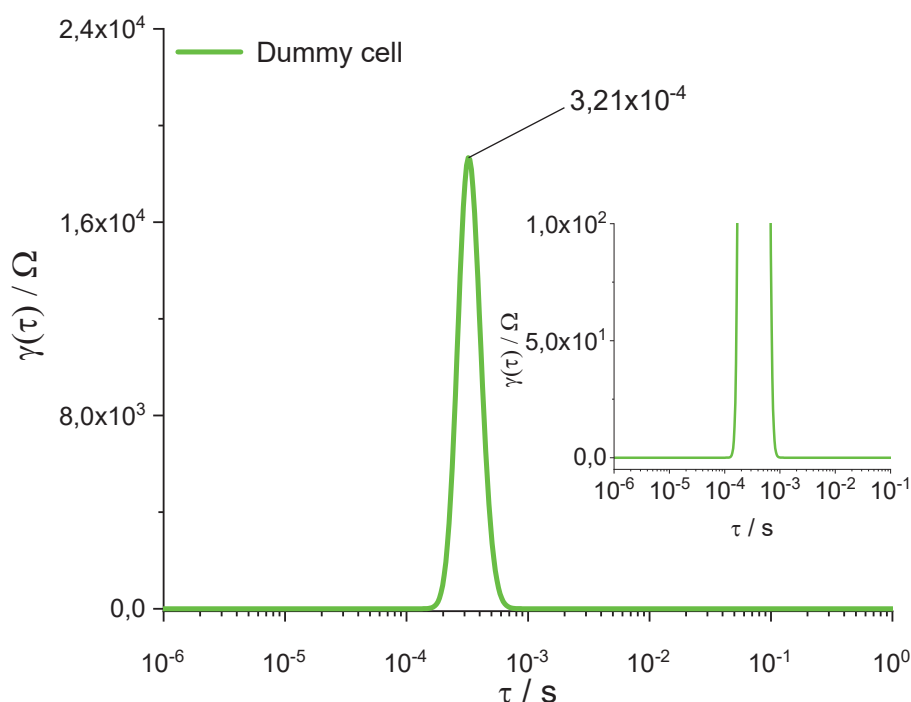
A diferença do valor encontrado no diagrama para aquele obtido pela equação pode ser explicada pelo fato de que os valores nominais dos elementos resistivos e capacitivos utilizados no cálculo matemático, apresentarem uma tolerância de variação em relação ao valor informado<sup>128</sup>. Além disso, a varredura de frequências não é contínua, ou seja, a quantidade de frequências analisadas depende do número de frequências por década escolhida no início das análises, nesse caso 7 pontos por década de frequência.

Considerando o número de frequências por década o valor de 501,18 Hz obtido pela análise do diagrama no plano complexo pode ser considerado próximo do valor ideal (495,44 Hz) para o circuito elétrico obtido pela Equação 8.

Na distribuição das constantes de tempo do circuito elétrico da dummy cell, utilizando a ferramenta DRTtools (FIGURA 40) foi observada a presença de um pico, que corresponde à constante de tempo de  $3,21 \times 10^{-4}$  s, valor este igual ao calculado pela Equação 8. Portanto, ficou comprovada a acurácia da ferramenta para identificar a constante de tempo do circuito elétrico testado.

A obtenção de uma constante de tempo para um circuito elétrico foi realizada pela simples avaliação do digrama no plano complexo ou do ponto máximo da parte imaginária. No entanto, em amostras reais com mais de uma constante de tempo, como a pasta de cimento, é muito difícil identificar a distribuição dessas constantes pela análise dos diagramas de EIS, devido, principalmente, à superposição de processos com constantes próximas<sup>20,78,129</sup>.

FIGURA 40 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO DE RELAXAÇÃO (s) PELA FERRAMENTA DRTtools PARA A ANÁLISE DE EIS NA DUMMY CELL DO CIRCUITO ELÉTRICO DA FIGURA 16, COM A INDICAÇÃO DA SUA CONSTATNE DE TEMPO



FONTE: O autor (2021).

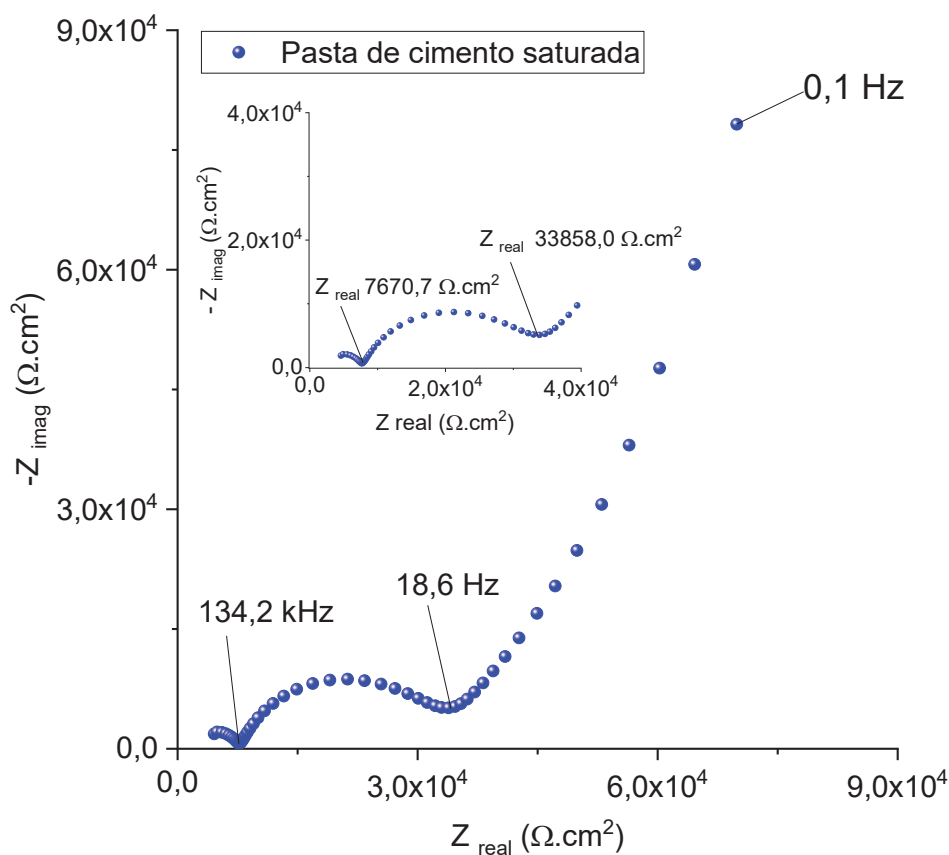
#### 4.5 ANÁLISE DE DRT DA PASTA DE CIMENTO

Os resultados para as análises de EIS da pasta de cimento aos 28 e 90 dias de cura foram semelhantes. Sendo assim, foram avaliados apenas os resultados obtidos aos 90 dias.

Nas análises de EIS realizadas na pasta de cimento saturada foi observada a presença de 3 semicírculos no diagrama no plano complexo (FIGURA 41). O primeiro semicírculo, observado em altas frequências, se refere às características dielétricas do material (pasta de cimento), o segundo está relacionado a estrutura de poros da pasta de cimento e, o último semicírculo (incompleto devido à faixa de frequência utilizada) se refere à interface da pasta de cimento com o eletrodo de trabalho<sup>14,71,72</sup>.

Foi possível estimar a resistividade elétrica dessa pasta de cimento, por meio da resistência em altas frequências, sendo que nesse caso o valor de  $Z_{\text{real}}$  (aproximadamente,  $7.671 \Omega \cdot \text{cm}^2$ ) foi obtido na frequência de 134,2 kHz. Desse modo, a resistividade elétrica da pasta de cimento analisada foi de  $(20,18 \pm 0,45) \Omega \cdot \text{m}$ .

FIGURA 41 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA PASTA DE CIMENTO SATURADA APÓS 90 DIAS



FONTE: O autor (2020).

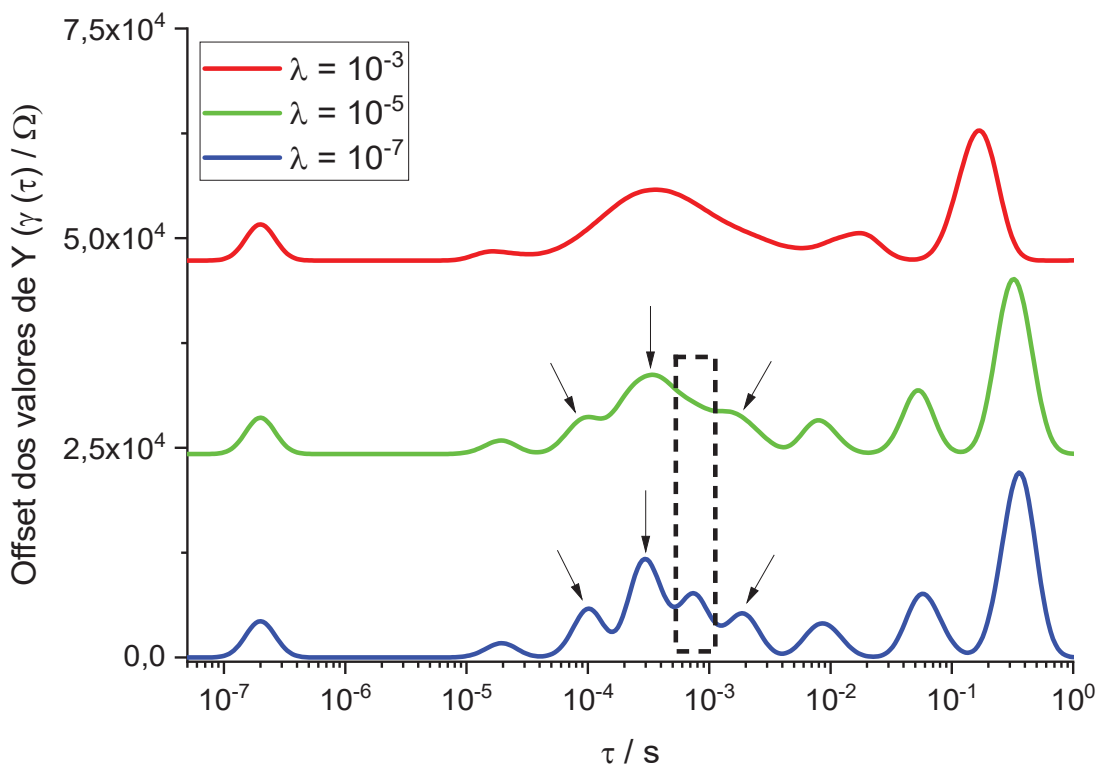
As informações sobre a qualidade dos dados de EIS estão disponíveis no Apêndice 2.

Na avaliação da distribuição das constantes de tempo ( $\tau$ ) dos resultados de EIS o fator de regularização ( $\lambda$ ) auxiliou na separação dos processos de polarização. A distribuição das constantes de tempo da pasta de cimento saturada (FIGURA 42) foi realizada utilizando os valores de EIS do diagrama no plano complexo da FIGURA 41. Nesse caso, foi testada a separação com 3 valores de  $\lambda$  ( $10^{-3}$ ,  $10^{-5}$  e  $10^{-7}$ ).

Utilizando o fator de  $10^{-3}$  não foi possível distinguir as constantes de tempo na faixa intermediária de frequência, relacionadas com a estrutura de poros da pasta de cimento. Já, com o fator de  $10^{-5}$  foi possível observar o surgimento de picos de baixa intensidade nessa faixa de frequência, que foram melhor separados com o fator de regularização de  $10^{-7}$ . No entanto, ocorreu o surgimento de um pico adicional (área tracejada na FIGURA 42) com constante de tempo de 0,74 ms, que não tinha sido identificado com o fator de  $10^{-5}$ .



FIGURA 42 - INFLUÊNCIA DO PARÂMETRO DE REGULARIZAÇÃO ( $\lambda$ ) NA DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO ( $\tau$ ) DA PASTA DE CIMENTO SATURADA

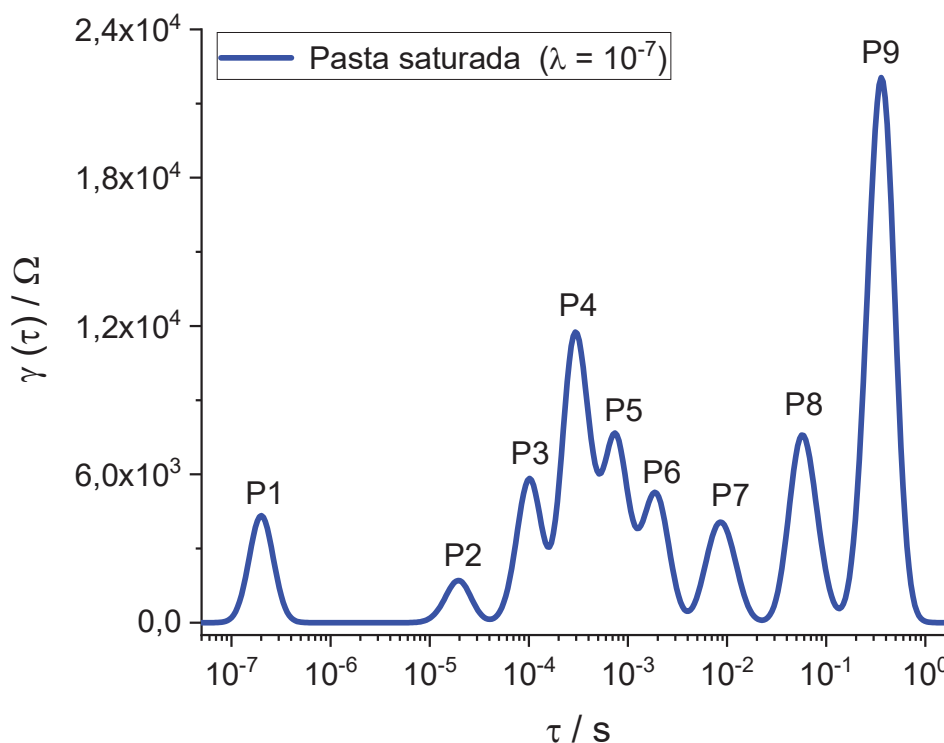


FONTE: O autor (2020).

Valores muito baixos de fator de regularização podem levar a oscilações que podem não estar relacionadas aos processos físico-químicos do sistema analisado<sup>20</sup>. Devido a isso, as constantes de tempo obtidas por essa metodologia foram comparadas com aquelas, já reportadas na literatura pela técnica de RMN.

Como a distribuição com o fator de regularização de  $10^{-7}$  teve a melhor separação dos picos em relação aos outros fatores testados, os resultados com esse fator foram utilizados para a comparação com os citados na literatura.

Na FIGURA 43, está ilustrada a distribuição das constantes de tempo da pasta de cimento saturada utilizada no desenvolvimento da metodologia de detecção de falhas no encapsulamento das hastes de âncora de torres estaiadas de LT de energia elétrica. Ainda, na FIGURA 43, foram destacadas todas as constantes de tempo até a frequência de 1,0 Hz, sendo numeradas de altas para baixas frequências de P1 a P9.

FIGURA 43 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO ( $\tau$ ) DA PASTA DE CIMENTO SATURADA

FONTE: O autor (2020).

Na TABELA 11, estão descritas as constantes de tempo  $\tau$  (ms) obtidas por meio da análise de DRT dos dados de EIS da pasta de cimento saturada, além dos valores reportados na literatura das constantes obtidas pela técnica de relaxometria de RMN, assim como a indicação das suas origens.

TABELA 11 - RELAÇÃO ENTRE AS CONSTANTES DE TEMPO OBTIDAS NA PASTA DE CIMENTO POR EIS/DRT, RMN (LITERATURA) E A SUA ORIGEM

Pico	$\tau$ (ms) EIS/DRT	$\tau$ (ms) pasta de cimento (RMN) <sup>51,67</sup>		Origem
P1	$2,00 \times 10^{-4}$	-	-	Resposta dielétrica do material <sup>72</sup>
P2	0,01	0,01 <sup>67</sup>	-	Estrutura sólida da matriz cimentícia
P3	0,10	0,10 <sup>67</sup>	-	Água nas intercamadas de C-S-H
P4	0,29	0,30 <sup>67</sup>	$<0,25$ <sup>51</sup>	Água nos poros do gel C-S-H
P5	0,74	1,50 <sup>67</sup>	$0,208 > \tau < 1,042$ <sup>51</sup>	Poros não-comunicantes
P6	1,86	$>1,50$ <sup>67</sup>	$>1,042$ <sup>51</sup>	Poros capilares comunicantes
P7	8,52	$>1,50$ <sup>67</sup>	$>1,042$ <sup>51</sup>	Poros capilares comunicantes
P8	56,52	-	-	Interface do eletrodo <sup>14</sup>
P9	357,87	-	-	Interface do eletrodo <sup>14</sup>

FONTE: O autor (2021).

A constante de tempo P1 está relacionada às características dielétricas da

pasta de cimento em altas frequências, a constante P2, está relacionada à estrutura sólida da matriz cimentícia e as constantes P3-P7, em frequências intermediárias, estão relacionadas à estrutura de poros da pasta de cimento, conforme descrito na TABELA 11. Já, as constantes P8 e P9 estão relacionadas aos processos que ocorrem na interface com o eletrodo. As constantes de tempo de P3 e P4 estão relacionadas à água presente nos poros do gel C-S-H da pasta de cimento, P5 está relacionada à água contida nos poros não comunicantes, de tamanho intermediário, e as constantes P6 e P7 estão relacionadas à água presente nos poros capilares comunicantes da pasta de cimento<sup>51</sup>.

Os valores das constantes de tempo obtidas a partir dos dados de EIS encontram-se muito próximos daqueles reportados por Kowalczyk, Gajewicz e McDonald (2014)<sup>67</sup>. No entanto, ocorreu uma diferença do valor da constante P5 (0,74 ms), relacionada aos poros não-comunicantes, embora, este esteja dentro da faixa indicada em outra pesquisa<sup>51</sup>. Essas diferenças podem estar relacionadas ao tamanho dos poros não comunicantes que pode variar com o cimento utilizado, relação A/C, tempo de cura e outros fatores que influenciam no processo de hidratação e formação da estrutura de poros<sup>44,50,73</sup>.

A constante de tempo P8 (56,52 ms) está em uma região de transição pois a frequência de relaxação onde foi obtida (17,7 Hz) não está na região do segundo semicírculo, atribuído à estrutura de poros da pasta de cimento, no diagrama no plano complexo (FIGURA 41), que tem o seu final em 18,6 Hz. Devido à proximidade dessa região não foi possível definir com exatidão se ela está relacionada aos poros capilares da pasta de cimento ou a efeitos da interface com o eletrodo. Com isso, a constante P8 foi considerada como decorrente de um efeito da interface com o eletrodo, uma vez que duas constantes relacionadas aos poros capilares (P6 e P7) já tinham sido identificadas.

Valores acima de 1,00 ms obtidos por relaxometria de RMN foram atribuídos a constantes de tempo relacionadas aos poros capilares<sup>51,67</sup>. Embora os resultados entre 1 e 10 ms sejam frequentemente encontrados, valores nominais raramente foram reportados, possivelmente pela variação do tamanho dos poros capilares formados no processo de hidratação<sup>22</sup>.

Assim, foi possível identificar as constantes de tempo associadas à estrutura de poros da pasta de cimento a partir da análise de EIS. Essa caracterização poderá ser utilizada em diversas áreas de estudo, inclusive em aplicações em campo.

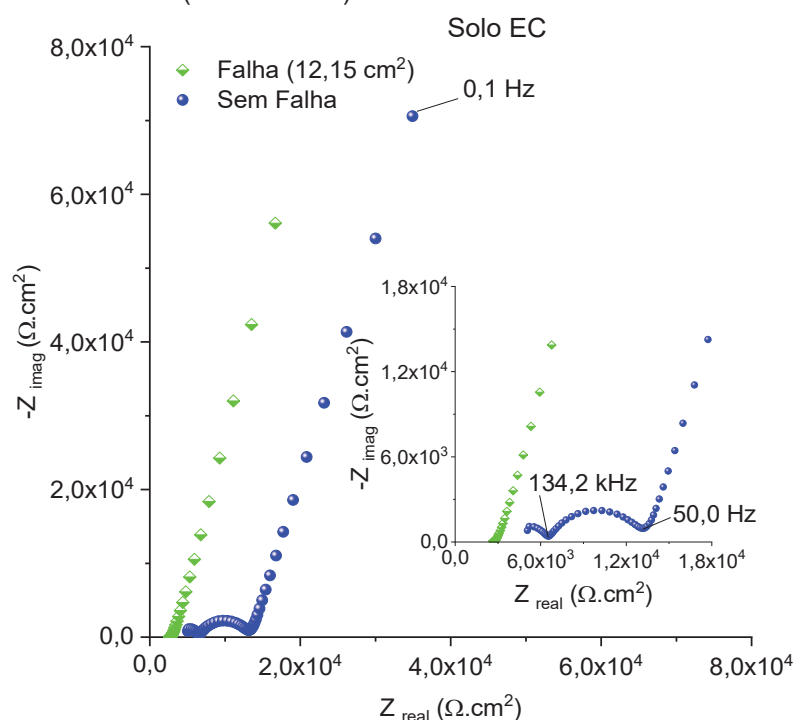
#### 4.6 DETECÇÃO DE FALHAS NO ENCAPSULAMENTO

O desenvolvimento da metodologia de detecção de falhas de encapsulamento das hastes de âncora foi realizado por meio de medidas de EIS com posterior avaliação das constantes de tempo.

A configuração dos ensaios foi proposta com o intuito de simular e detectar falhas no encapsulamento causadas pela ausência de pasta de cimento na superfície do metal, possibilitando assim o contato direto com os solos de diferentes resistividades elétricas e pHs. Na ausência de falhas, o metal estaria protegido pela camada de pasta de cimento com uma resistividade elétrica da ordem de  $(20,18 \pm 0,45) \Omega.m$  e pH ao redor de 12-13.

Na análise realizada sem a presença de falhas no encapsulamento em pasta de cimento no solo EC foi possível observar um semicírculo em frequências intermediárias (FIGURA 44) em formato similar ao encontrado na pasta de cimento pura. Com a presença de falha no encapsulamento, ou seja, com contato do metal diretamente com o solo EC (resistividade elétrica da ordem de  $(4,31 \pm 0,14) \Omega.m$ ) esse semicírculo não foi observado.

FIGURA 44 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS DO METAL EM CONTATO COM O SOLO EC (FALHA DE  $12,15 \text{ cm}^2$ ) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO EC



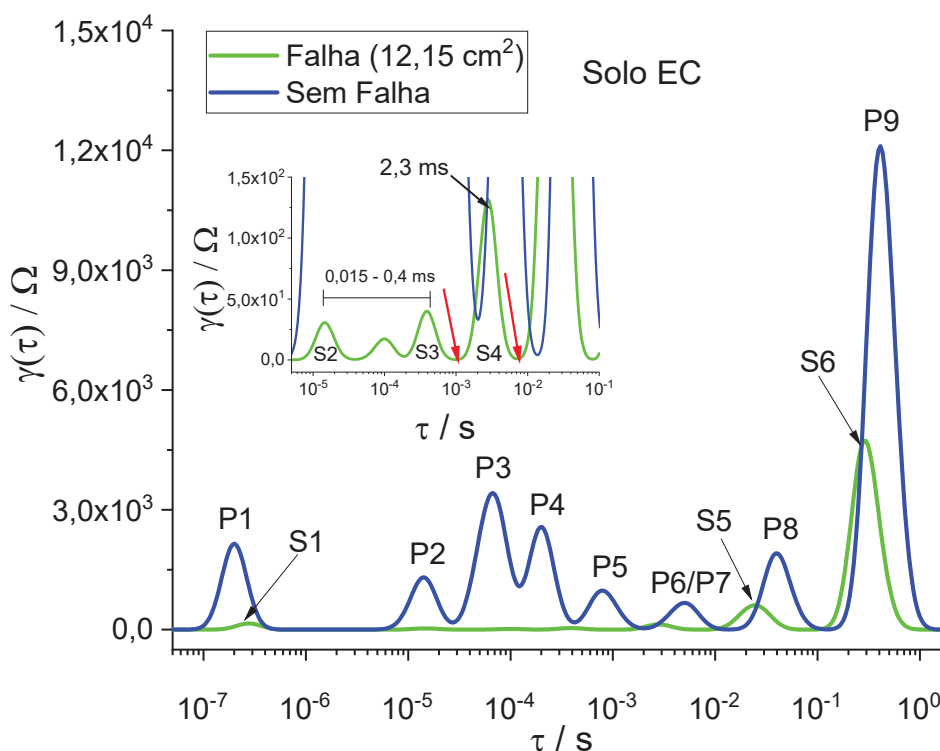
FONTE: O autor (2020).

O valor de  $Z_{real}$  em altas frequências para a análise com a falha foi menor do que naquela sem a presença de falha no encapsulamento. Isso está de acordo com os valores de resistividade elétrica do solo EC, que são menores do que os da pasta de cimento, refletindo assim no valor de  $Z_{real}$ . No entanto, essa diferença só pode ser levada em consideração pois a área do eletrodo era conhecida.

Na FIGURA 45, está ilustrada a distribuição das constantes de tempo para a análise com a ausência e presença da pasta de cimento na superfície do metal no solo EC. Estes picos foram identificados quanto as suas constantes de tempo, sendo aqueles nomeados com a letra P relacionados à pasta de cimento e letra S ao solo.

Na análise sem falha foi possível identificar as constantes de tempo relativas às características sólidas do cimento P2 e aquelas relativas à água presente nos poros do gel C-S-H da pasta de cimento (P3-P4). Além disso, também foi identificada a constante de tempo P5 relacionada aos poros não-conectados (mesoporos) e as constantes P6/P7 relacionadas aos poros capilares além das constantes de tempo P8 e P9 relacionadas a efeitos de interface com o eletrodo de trabalho.

FIGURA 45 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO A PARTIR DOS DADOS DE EIS, DO METAL EM CONTATO COM O SOLO EC (FALHA DE 12,15 cm<sup>2</sup>) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO EC



FONTE: O autor (2020).

Na presença de falha foram identificadas as constantes de tempo relacionadas às características dielétricas do solo (S1), que apresentaram uma intensidade menor do que a constante P1, análise sem falha. Isso está de acordo com os resultados de resistividade elétrica do solo e da pasta de cimento, ou seja, ocorreu o aumento da intensidade da constante de tempo relacionada às características dielétricas na presença da pasta de cimento de maior resistividade elétrica.

Também, foram identificadas, no solo, constantes de tempo (S2, S3, S4 e S5) relacionadas à estrutura de poros, sendo as duas primeiras em 0,015 ms e 0,40 ms relacionadas aos microporos presentes nos solos, a terceira, em 2,3 ms relacionada aos mesoporos, e a última em 25,8 ms, relacionada à água presente nos macroporos do solo. Esses valores estão de acordo com os resultados das constantes de tempo ( $T_2$ ) obtidos por relaxometria de RMN reportados por Tian, Wei e Tan (2019)<sup>40</sup>.

A magnitude das constantes de tempo relacionadas à estrutura de poros do solo aumentou com a sua dimensão, o que pode estar relacionado com a composição do solo (arenoso) que não favorece a formação de microporos conforme já, relatado na literatura<sup>36</sup>. Tal efeito, também pode estar relacionado ao teor de íons do solo EC, uma vez que os íons se dissolveram na água formando caminhos preferenciais de condução da corrente elétrica, principalmente, pelos poros interconectados (macroporos), sendo este o caminho de menor impedância<sup>69,97</sup>.

Esse efeito também foi percebido na análise realizada com a presença da pasta de cimento, uma vez que a participação do solo de maior condutividade, alterou o valor das constantes de tempo P6 e P7 relacionadas à água dos poros capilares da pasta de cimento. Nesse caso, foi obtida apenas uma constante com valor intermediário de 5,3 ms, que foi identificada como P6/P7.

A constante de tempo relacionada aos mesoporos do solo, acabou reduzindo a contribuição dos poros capilares da pasta de cimento o que explica a obtenção da constante de tempo P6/P7 para a análise da pasta de cimento em conjunto com o solo. Essa interferência destrutiva pode ser melhor visualizada na região destacada da FIGURA 45, próximo ao pico S4, de 2,3 ms, relacionado aos mesoporos do solo. As duas regiões de vale, indicadas nas setas de cor vermelha, em 1,5 e 8,0 ms, aproximadamente, são relacionadas respectivamente as constantes P6 e P7 da pasta de cimento.

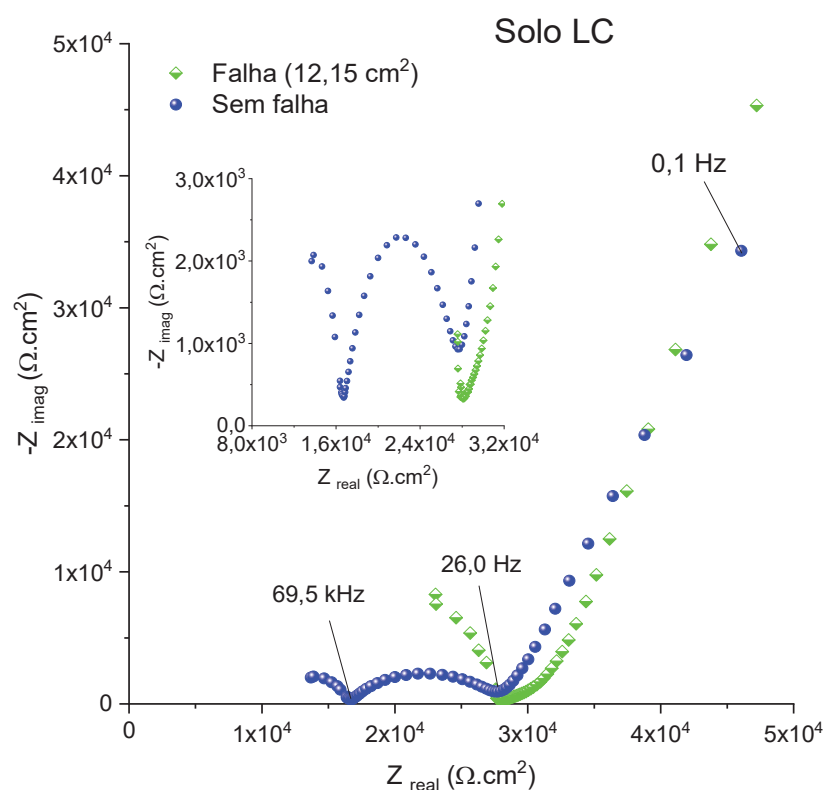
Essas variações e interferências destrutivas foram ocasionadas, principalmente, pelo fato das constantes de tempo do solo e da pasta cimento

relacionadas à estrutura de poros estarem superpostas em algumas regiões. No caso dos mesoporos, que no solo tem constantes de tempo entre 0,8 e 20 ms, na pasta de cimento estão entre 0,20 e 1,02 ms. Já, os valores de constante de tempo acima de 1,5 ms para a pasta de cimento foram relacionadas aos poros capilares enquanto no solo estão entre 20 e 100 ms <sup>40,51,67</sup>.

No entanto, foi possível diferenciar e detectar a presença dos poros da pasta de cimento na presença do solo EC, principalmente, pela detecção das constantes de tempo relacionadas à água nas intercamadas e nos poros do gel C-S-H identificadas como P3 e P4, de maior intensidade do que as constantes de tempo relacionadas aos microporos no solo.

A análise de EIS com e sem falha no encapsulamento também foi conduzida no solo LC, com resistividade elétrica de  $(43,25 \pm 0,83) \Omega.m$ , como mostrado no diagrama no plano complexo da FIGURA 46.

FIGURA 46 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS DO METAL EM CONTATO COM O SOLO LC (FALHA DE 12,15 cm<sup>2</sup>) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO LC



FONTE: O autor (2020).

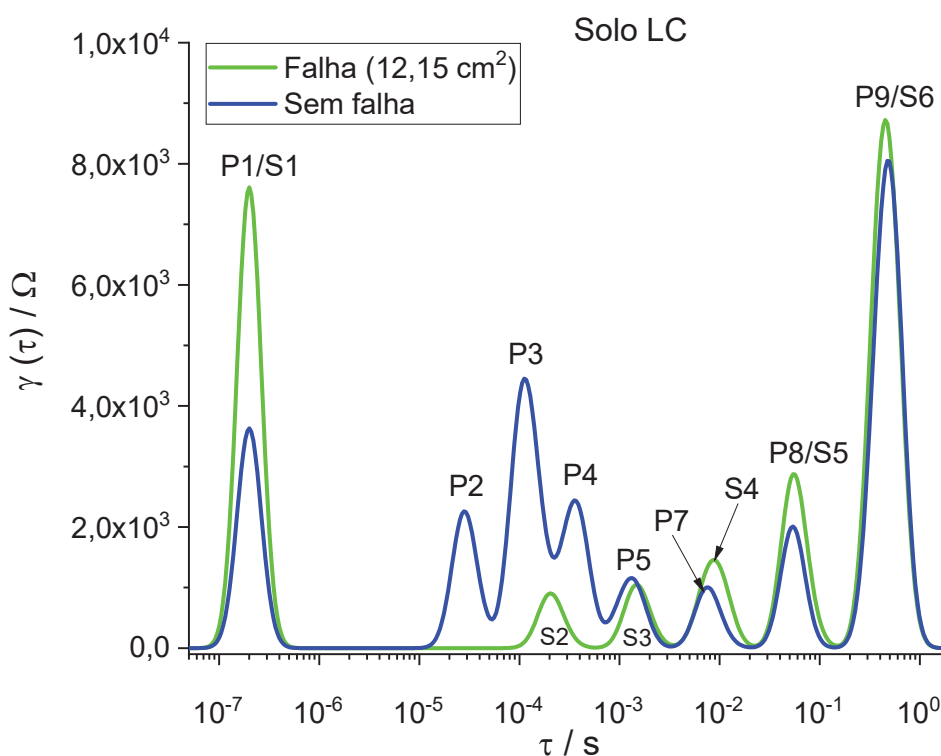
No diagrama no plano complexo foi possível observar o semicírculo em frequências intermediárias devido à presença da pasta de cimento na análise sem



falha no encapsulamento, assim como ocorreu em presença do solo EC. Também, foi possível observar que a magnitude de  $Z_{real}$  em altas frequências foi superior na amostra com falha, o que está de acordo com os resultados de resistividade do solo e da pasta de cimento.

Já, na distribuição das constantes de tempo para os dados da análise de EIS (FIGURA 47) estão presentes picos referentes às constantes de tempo relacionadas à água presente na estrutura de poros da pasta de cimento e do solo LC.

FIGURA 47 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO A PARTIR DOS DADOS DE EIS, DO METAL EM CONTATO COM O SOLO LC (FALHA DE 12,15 cm<sup>2</sup>) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO LC



FONTE: O autor (2020).

A diferença na magnitude dos picos P1 e S1 está relacionada às características dielétricas dos materiais testados. Como o solo EC tem maior resistividade elétrica que a pasta de cimento, é plausível que S1 relativo ao solo LC, apresente maior intensidade do que a amostra de solo LC + pasta de cimento. Isso, corrobora com os dados obtidos no solo EC, onde a magnitude do pico relativo ao solo EC foi menor do que na análise sem falha, pois nesse caso a resistividade elétrica do solo foi, aproximadamente, 5 vezes menor do que a da pasta de cimento.

As constantes de tempo P2, P3 e P4 foram observadas na análise sem falha,

o que permitiu detectar a presença da pasta de cimento nesse meio sem interferência das constantes de tempo relacionadas aos microporos do solo identificada como S2 ( $\tau = 0,20$  ms). A constante de tempo relacionada à água nas intercamadas do gel C-S-H (P3) apresenta maior intensidade, possivelmente, pela maior quantidade de água nesse componente na estrutura de poros da pasta de cimento, o que está de acordo com o reportado por Maruyama et al. (2019)<sup>50</sup> que identificou a presença de água nas intercamadas do gel C-S-H mesmo em situações de umidades reduzidas.

Em presença do solo LC ocorreu praticamente a sobreposição dos picos a partir 1,0 ms relacionados aos mesoporos e macroporos do solo e aos macroporos da pasta de cimento. As constantes de tempo S3 e S4 (1,54 e 8,9 ms) estão relacionadas aos mesoporos do solo enquanto a S5 (56,5 ms) está relacionada aos macroporos<sup>40</sup>. As constantes P5 (1,34 ms) e P7 (8,14 ms) foram relacionadas aos poros não-comunicantes (mesoporos) e macroporos da pasta de cimento<sup>67</sup>.

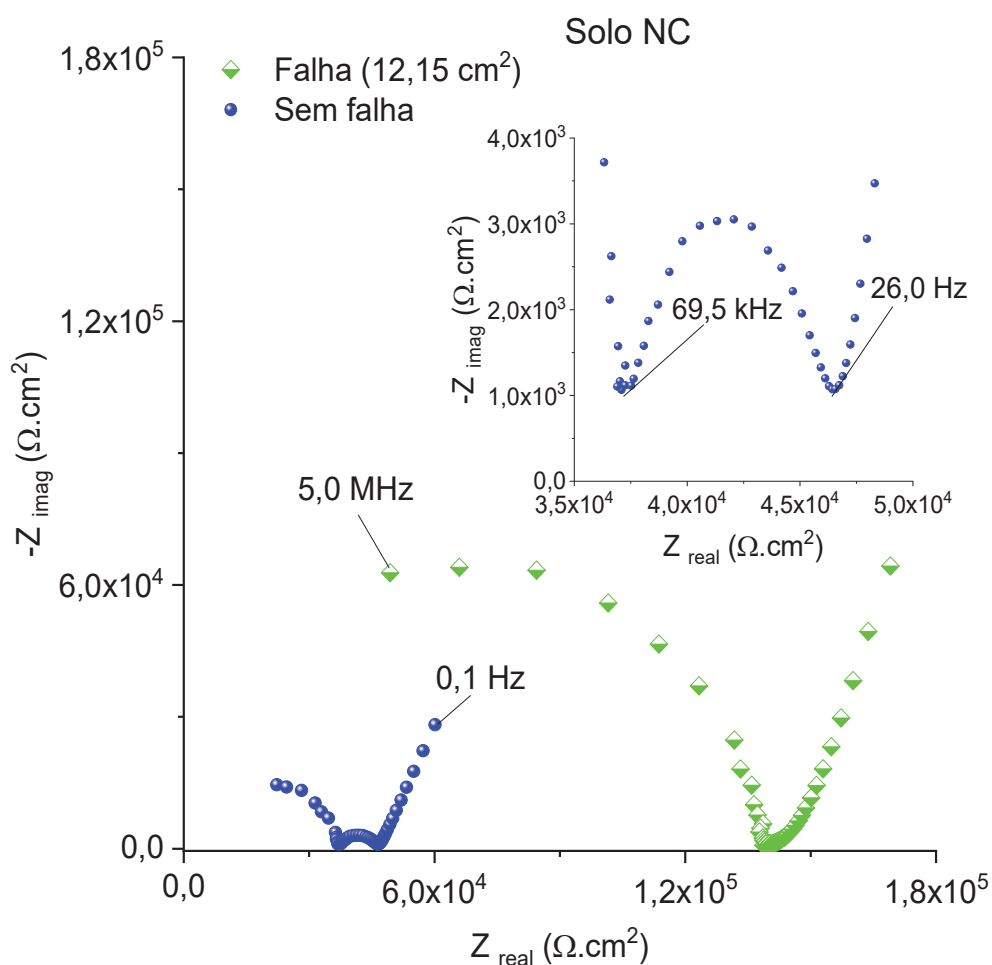
Esses resultados confirmam àqueles já, reportados na literatura, que apontam faixas de resultados de constantes de tempo similares para os macroporos de mesoporos do solo e da pasta de cimento<sup>40,50,51,67</sup>.

Na análise de detecção de falha do encapsulamento no solo essencialmente não-corrosivo (NC), de maior resistividade ( $198,91 \pm 11,80$ )  $\Omega.m$ , foi observado no diagrama no plano complexo (FIGURA 48) a presença do semicírculo em frequências intermediárias associado à presença da pasta de cimento na análise sem falha. A frequência inicial e final desse semicírculo foi similar à encontrada na análise em presença do solo LC.

Na análise com a falha de  $12,15 \text{ cm}^2$ , foi observada a presença de um semicírculo incompleto em altas frequências de maior magnitude que nos solos de menor resistividade devido à característica de baixa condutividade elétrica do material, relacionada a sua composição predominantemente arenosa e baixo teor de íons dissolvidos.

Os valores de impedância na presença de falha foram maiores do que na análise sem falha, devido a elevada resistividade do solo, que foi parcialmente compensada em presença da pasta de cimento de menor resistividade elétrica na análise sem falha.

FIGURA 48 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA ANÁLISE DE EIS DO METAL EM CONTATO COM O SOLO NC (FALHA DE 12,15 cm<sup>2</sup>) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO NC



FONTE: O autor (2020).

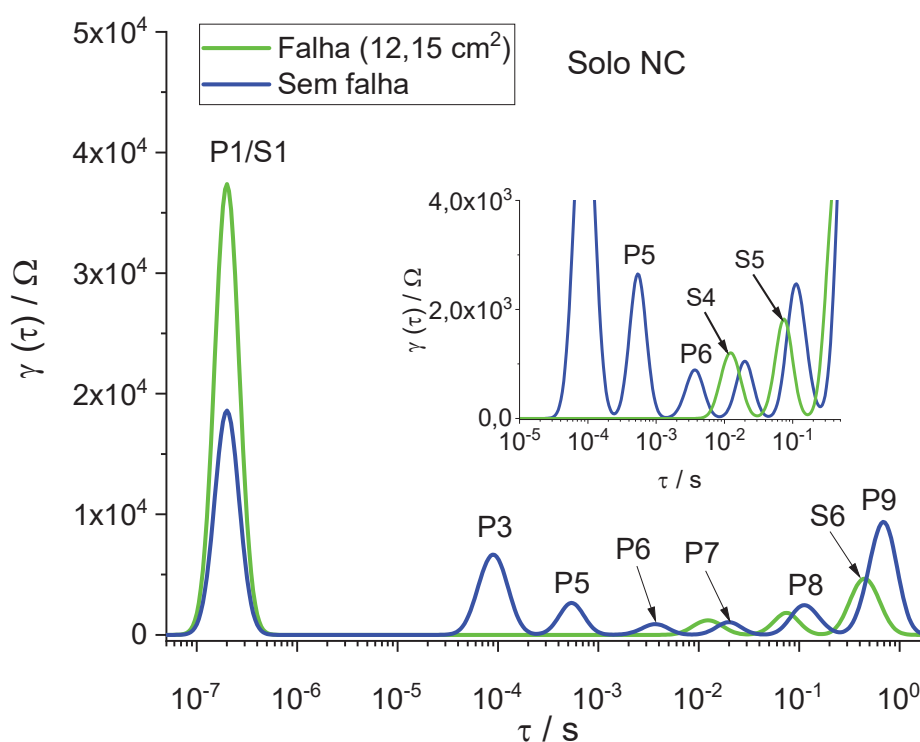
A distribuição das constantes de tempo nas análises realizadas nas amostras com e sem falha no solo NC podem ser visualizadas na FIGURA 49.

É possível notar que na análise com falha não foram observadas as constantes de tempo associadas aos microporos do solo, nem as constantes de tempo P2 e P4, relacionadas às características sólidas do cimento e a água presente no gel dos poros de C-S-H. No entanto, a constante de tempo P3 em 0,10 ms, relacionada à água nas intercamadas de C-S-H estava presente, o que permitiu detectar a presença da pasta de cimento.

Possivelmente, a alta resistividade do solo NC impossibilitou que a contribuição dos processos de polarização referentes às constantes de tempo de menor intensidade P2 e P4, fossem detectadas. A constante de tempo P3, foi detectada mesmo nessas condições, o que está em consonância com o reportado na

literatura, onde é relatado que essa constante foi detectada por relaxometria de RMN ( $T_2$ ), mesmo após 56 dias de hidratação e em condições de baixa umidade da pasta de cimento, onde essa fase teve uma quantidade de água maior do que as demais<sup>50</sup>. Isso, está de acordo com os resultados obtidos na distribuição dos tempos de relaxação, uma vez que essa constante de tempo teve a maior intensidade tanto na análise da pasta de cimento pura, quanto na presença dos solos com diferentes resistividades.

FIGURA 49 - DISTRIBUIÇÃO DAS CONSTANTES DE TEMPO A PARTIR DOS DADOS DE EIS, DO METAL EM CONTATO COM O SOLO NC (FALHA DE 12,15 cm<sup>2</sup>) E RECOBERTO COM PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA) NO SOLO NC



FONTE: O autor (2020).

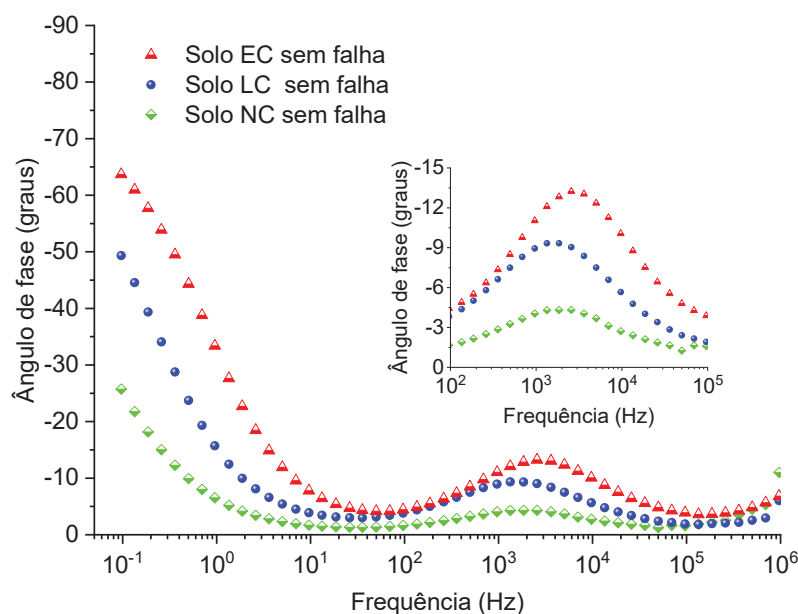
A ausência de constantes de tempo relacionadas aos microporos no solo pode estar relacionada não somente a sua elevada resistividade elétrica, mas, também, ao teor de silte reduzido quando comparados aos demais solos testados. Deste modo, a quantidade reduzida de partículas de menor tamanho (silte e argila) pode ter dificultado a formação desses microporos. No entanto, as constantes de tempo relacionadas a presença de mesoporos (S4) e macroporos (S5) foram notadas em 11,7 e 78,1 ms embora estivessem deslocadas em relação às constantes de tempo do conjunto solo e da pasta de cimento na análise sem falha.

As variações nas constantes de tempo do solo, relacionadas principalmente aos mesoporos e macroporos, são consequência à diferença da sua composição em relação aos solos EC e LC.

Na FIGURA 50, podem ser observadas as variações no ângulo de fase na presença da pasta de cimento. Considerando esse diagrama, foi possível identificar que a maior variação no ângulo de fase ocorreu no solo EC. Nesse solo de menor resistividade elétrica, ocorreu a menor atenuação da resposta capacitiva da estrutura de poros da pasta de cimento devido a sua menor resistência. Essa atenuação foi intermediária no solo LC e maior no NC, de maior resistividade.

A faixa de frequência onde foi observada a presença de processo de polarização devido à estrutura de poros da pasta de cimento foi de  $10^5$  -  $10^2$  Hz. Resultados similares foram encontrados para a estrutura de poros do concreto e foram atribuídos aos processos resistivos/capacitivos do concreto<sup>71</sup>.

FIGURA 50 - DIAGRAMA DE BODE COM O ÂNGULO DE FASE DAS ANÁLISES REALIZADAS COM A PRESENÇA DA PASTA DE CIMENTO (SEM FALHA)



FONTE: O autor (2020).

A distribuição das constantes de tempo permitiu avaliar os processos presentes nas estruturas de poros da pasta de cimento, e com isso avaliar a presença ou a ausência desse material no solo com diferentes resistividades. A partir dos resultados obtidos foi possível detectar a presença de falhas no encapsulamento, mesmo, sem o conhecimento da sua dimensão e da sua área exposta. A aplicação da

técnica, como comentado anteriormente e citado na literatura<sup>130</sup>, permitiu a análise da distribuição das constantes de tempo em processos resistivos capacitivos, independentemente da área.

As informações sobre a qualidade dos dados de EIS utilizados no desenvolvimento da metodologia NDT de detecção de falhas no encapsulamento cimentício estão disponíveis no Apêndice 2.

#### 4.7 DETECÇÃO DE PROCESSOS CORROSIVOS

O OCP foi analisado em diferentes ambientes (solos e pasta de cimento), sendo utilizado para indicar a presença ou ausência da camada de galvanização na superfície das placas de aço e das hastes de âncora, em laboratório e no sítio experimental.

Na TABELA 12, estão apresentados os valores do OCP contra o SCE (mais utilizado em laboratório) e contra o CSE (muito utilizado em atividade de campo) das placas de aço galvanizado e com corrosão, além das hastes de âncora em diferentes estados e ambientes.

Os potenciais vs. CSE para o aço com a camada de galvanização em contato com o solo foi menor de -800 mV e na pasta de cimento foi de -682 mV. O aço com corrosão no solo apresentou potenciais próximos de -550 mV vs. CSE, enquanto o aço encapsulado na pasta de cimento teve um potencial de -378 mV. Esse valor está dentro da faixa que indica probabilidade superior a 90% do aço encapsulado em concreto apresentar corrosão. Além disso, valores menores que -500 mV indicaram corrosão severa<sup>85</sup>.

TABELA 12 - OCP DAS PLACAS DE AÇO E DAS HASTES EM DIFERENTES CONDIÇÕES E AMBIENTES

Material / condição	Ambiente	Potencial (mV) vs SCE	Potencial (mV) CSE
Placa de aço com corrosão	Solo EC	-503	-577
Placa de aço galvanizado	Solo EC	-740	-814
Haste com corrosão	Solo sítio exp.	-471	-545
Haste galvanizada	Solo sítio exp.	-790	-864
Haste com corrosão	Pasta de cimento	-304	-378
Haste galvanizada	Pasta de cimento	-608	-682

FONTE: O autor (2020).

No entanto, essa norma somente se aplica para aços sem proteção, como pintura ou galvanização, o que é confirmado pela avaliação do resultado do OCP para o aço galvanizado na pasta de cimento (-682 mV), valor que indicaria corrosão severa, enquanto esse material estava íntegro e com a camada de galvanização intacta. Apesar desse fato, foi possível identificar por meio do OCP a presença da camada de galvanização do aço no solo, assim como, a presença de produtos de corrosão. Como já observado anteriormente, a principal causa da corrosão nas hastes de ancora foi o contato do metal com os solos corrosivos e extremamente corrosivos (baixa resistividade elétrica), com isso a medida do OCP pode ser utilizada como uma análise adicional, após a identificação das falhas no encapsulamento cimentício, de forma a comprovar a presença de corrosão nesses solos, ou ainda, identificar a presença da camada de galvanização em solo considerados essencialmente não corrosivos (alta resistividade elétrica).

#### 4.8 CONSIDERAÇÕES FINAIS

De maneira geral, as falhas no encapsulamento cimentício foram consideradas como o fator fundamental da rápida deterioração das hastes de âncora das torres estaiadas de linha de transmissão de energia elétrica instaladas em solos extremamente corrosivos (resistividade elétrica  $<10 \Omega.m$ ) com a presença de íons cloretos e sulfato, conforme foi constatado por inspeção visual, em um período de, aproximadamente, 15 anos.

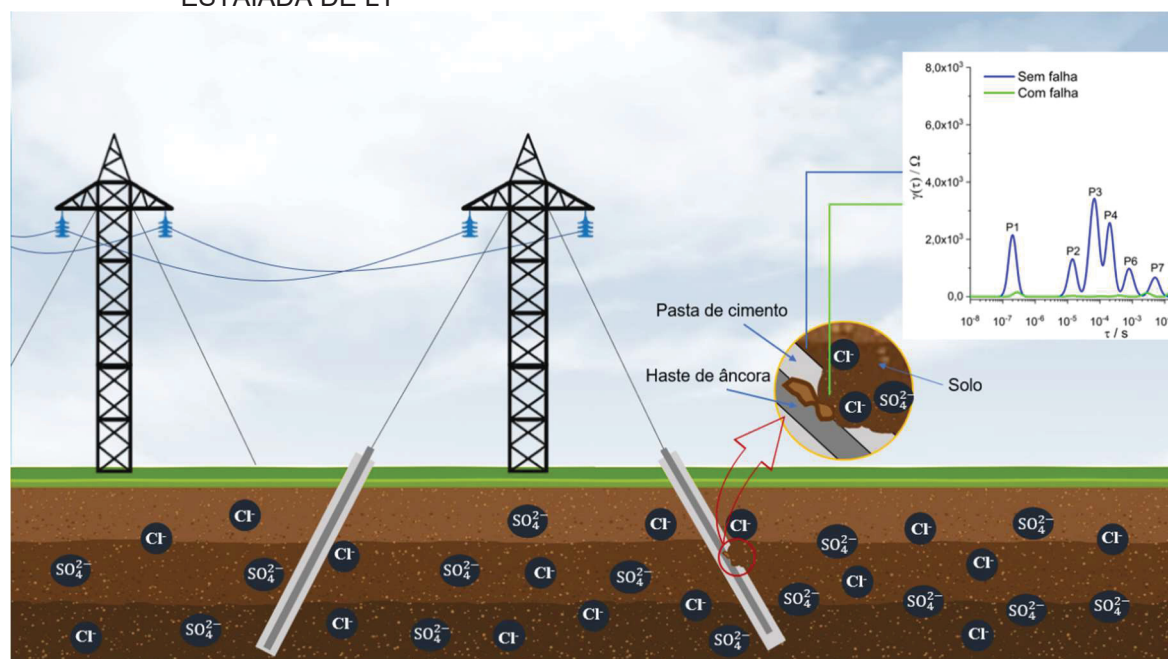
Nesse ambiente, ocorreu a formação de produtos de corrosão instáveis como a lepidocrocita encontrados, principalmente, na corrosão em ambientes marinhos<sup>63</sup>. Além disso, foram observados teores de 5,15 e 2,33% para os íons cloretos e sulfato no solo aderido em uma das hastes de âncora com processos avançados de corrosão, indicando que o envolvimento desses íons foi um fator importante na corrosão dessas estruturas.

Diante disso, foi desenvolvida uma metodologia para estimar a resistividade elétrica do solo em campo por meio do valor de impedância real em altas frequências (10 kHz) e uma metodologia para a detecção de falhas no encapsulamento cimentício utilizando a distribuição das constantes de tempo das análises de EIS, onde a ausência de constantes de tempo relacionadas à estrutura de poros da pasta de cimento indicaram a presença de falhas com área de 12,15 cm<sup>2</sup>. Na FIGURA 51, está



ilustrada, esquematicamente, uma possível aplicação da metodologia de detecção de falhas no encapsulamento no sistema de ancoragem de torres estaiadas de LT.

FIGURA 51 - ILUSTRAÇÃO DA APLICAÇÃO DA METODOLOGIA DE DETECÇÃO DE FALHAS NO ENCAPSULAMENTO CIMENTÍCIO NO SISTEMA DE ANCORAGEM DE UMA TORRE ESTAIADA DE LT



FONTE: O autor (2021).

Além disso, o OCP foi utilizado como uma medida complementar para confirmar a presença da camada de galvanização, principalmente em solos com corrosividade baixa ou intermediária, uma vez que, em solos corrosivos ocorreram processos avançados de corrosão.

Informações detalhadas do procedimento para realização do ensaio de resistividade do solo por EIS, utilizando o equipamento PalmSens4, foram disponibilizadas no Apêndice 3.

## 5 CONCLUSÕES

Neste estudo, foi investigado o mecanismo de corrosão das hastes de âncoras encapsuladas em pasta de cimento de torres estaiadas de uma LT localizada no nordeste brasileiro. Neste caso, específico, foi constatado que o processo corrosivo foi causado por falhas no encapsulamento em pasta de cimento que ocasionaram o contato do metal com o solo considerado corrosivo, pela presença de teores variados de íons cloreto e sulfato. Com isso, foi observado o acúmulo desses íons no solo aderido à superfície das hastes de âncora corroídas assim como nos produtos de corrosão indicando a sua participação nesse processo.

Da pesquisa realizada constatou-se que grande parte (75,0%) dos casos de corrosão severa que necessitariam a troca imediata do sistema de ancoragem ocorreram em torres localizadas em solos extremamente corrosivos com resistividade elétrica menor que 10  $\Omega.m$ , e os outros 25,0% em solos com resistividade elétrica inferior a 30  $\Omega.m$ . No entanto, os casos de corrosão severa representaram apenas 14,8% do total das torres analisadas, ou seja, segundo esse critério aproximadamente 85,0% das torres que tiveram a manutenção preventiva realizada não precisariam necessariamente da troca imediata.

Dada a importância da resistividade do solo para a corrosão do sistema de ancoragem foi desenvolvida uma metodologia para a sua avaliação em campo por meio da técnica de EIS, utilizando um potenciostato/galvanostato portátil. Os resultados obtidos foram considerados estatisticamente iguais aos referentes ao método de resistividade elétrica normatizado utilizado em laboratório, segundo a análise de variância, na faixa de 4,0 a 200,0  $\Omega.m$ .

Também, foi desenvolvida uma metodologia não-destrutiva em laboratório para a detecção de falhas no encapsulamento cimentício, baseada na detecção de constantes de tempo relacionadas à estrutura de poros da pasta de cimento analisada por EIS em conjunto com a ferramenta DRTtools. Foi constatada, pelo experimento, uma constante de tempo relacionada à água nas intercamadas do gel C-S-H em 0,10 ms, até então observada apenas pela técnica de relaxometria de RMN. A referida constante de tempo foi detectada nos três solos analisados com resistividades elétricas entre 4,0 e 200  $\Omega.m$ .

Adicionalmente, foi proposta a utilização do OCP para confirmar a presença da camada de galvanização ou processos de corrosão em aços em contato com o

solo com diferentes resistividades elétricas. Com o experimento, pode-se concluir ter sido equivalente aos materiais utilizados, com potenciais elétricos SCE de: i) -471 mV, para a haste com corrosão e sem cobertura de pasta de cimento, instalada em sítio experimental, para -790 mV, para a haste galvanizada também sem recobrimento da pasta de cimento; e, ii) para as amostras recobertas com a pasta de cimento, de -608 mV para a haste galvanizada e de -304 mV, para a haste com corrosão instaurada, respectivamente.

Por fim, a utilização dessas metodologias em conjunto pode resultar em avanços significativos na inspeção da corrosão do sistema de ancoragem de torres estaiadas, aumentando a assertividade do processo de manutenção e a confiabilidade dessas LTs.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como proposta de trabalhos futuros, sugere-se o desenvolvimento de metodologias e materiais (eletrodos, sensores) que utilizem a técnica de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) localizada para a detecção das falhas no encapsulamento em estruturas enterradas no solo, levando em consideração aspectos como a distribuição das linhas de potenciais e corrente no solo.

Além disso, a distribuição das constantes de tempo (DRT) dos dados de EIS, também pode ser utilizada em estudos e desenvolvimento de pastas de cimento modificadas, mais resistentes ao ingresso de íons agressivos o que pode conferir aumento da vida útil para estruturas encapsuladas em pasta de cimento.

## REFERÊNCIAS

- 1 Operador Nacional do Sistema Elétrico (ONS). **O sistema em números**. 2020  
Disponível em: <<http://www.ons.org.br/paginas/sobre-o-sin/o-sistema-em-numeros>>.  
Acesso em: 10 mar. 2021.
  
- 2 BERENGUER, R.A. et al. Guy Structure with Galvanic Corrosion: Case Study.  
**Journal of Civil Engineering and Architecture**, v. 10, n. 7, p. 792–797, 2016.
  
- 3 WASIM, M. et al. Factors influencing corrosion of metal pipes in soils.  
**Environmental Chemistry Letters**, v. 16, n. 3, p. 861–879, 2018.
  
- 4 ISMAIL, A. I. M.; EL-SHAMY, A. M. Engineering behaviour of soil materials on the corrosion of mild steel. **Applied Clay Science**, v. 42, n. 3–4, p. 356–362, 2009.
  
- 5 KUKLÍK, V.; KUDLÁČEK, J. **Hot-Dip galvanizing of steel structures**. 1 ed.  
Cambridge: Butterworth-Heinemann. 2016.
  
- 6 POPOV, B. N. **Corrosion engineering : principles and solved problems**. 1 ed.  
New York: Elsevier, 2015.
  
- 7 KRISHNADEV, M. et al. Fracture of high carbon high strength anchor rods.  
**Engineering Failure Analysis**, v. 15, n. 8, p. 1009–1018, 2008.
  
- 8 YU, B. et al. Practical model for predicting corrosion rate of steel reinforcement in concrete structures. **Construction and Building Materials**, v. 54, p. 385-401, 2014.
  
- 9 HONG, S. et al. Long-term monitoring of reinforcement corrosion in concrete using ground penetrating radar. **Corrosion Science**, v. 114, p. 123–132, 2016.
  
- 10 JONES, S. et al. Cement & Concrete Composites Simulation studies of methods to delay corrosion and increase service life for cracked concrete exposed to chlorides. **Cement and concrete composites**, v. 58, p. 59–69, 2015.
  
- 11 FIGUEIRA, R. B. Electrochemical sensors for monitoring the corrosion conditions of reinforced concrete structures: A review. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 7, n. 11, e. 1157, 2017.

- 12 ITTY, P. A. et al. In situ 3D monitoring of corrosion on carbon steel and ferritic stainless steel embedded in cement paste. **Corrosion Science**, v.83, p. 409-418, 2014.
  
- 13 YAN, M. et al. Electrochemical investigation on steel corrosion in iron-rich clay. **Corrosion Science**, v. 97, p. 62–73, 2015.
  
- 14 HERRERA HERNÁNDEZ, H. et al. Electrochemical Impedance Spectroscopy as a Practical Tool for Monitoring the Carbonation Process on Reinforced Concrete Structures. **Arabian Journal for Science and Engineering**, v. 44, n. 12, p. 10087–10103, 2019.
  
- 15 **SCOPUS**. Disponível em: < <https://www.scopus.com/home.uri>> Acesso em: 20 mar. 2020.
  
- 16 ZHU, W.; FRANÇOIS, R.; LIU, Y. Propagation of corrosion and corrosion patterns of bars embedded in RC beams stored in chloride environment for various periods. **Construction and Building Materials**, v. 145, p. 147–156, 2017.
  
- 17 HORNBOSTEL, K. et al. Influence of mortar resistivity on the rate-limiting step of chloride-induced macro-cell corrosion of reinforcing steel. **Corrosion Science**, v. 110, p. 46–56, 2015.
  
- 18 DEUS, J. M. et al. The electrochemical behaviour of steel rebars in concrete: An Electrochemical Impedance Spectroscopy study of the effect of temperature. **Electrochimica Acta**, v. 131, p. 106-115, 2014.
  
- 19 MACDONALD, D. D. Reflections on the history of electrochemical impedance spectroscopy. **Electrochimica Acta**, v. 51, n. 8–9, p. 1376–1388, 2006.
  
- 20 WEIß, A. et al. Distribution of Relaxation Times Analysis of High-Temperature PEM Fuel Cell Impedance Spectra. **Electrochimica Acta**, v. 230, p. 391–398, 2017.
  
- 21 LI, X. et al. Relaxation study of cement based grouting material using nuclear magnetic resonance. **International Journal of Mining Science and Technology**, v. 22, n. 6, p. 821–824, 2012.
  
- 22 FOURMENTIN, M. et al. NMR observation of water transfer between a cement paste and a porous medium. **Cement and Concrete Research**, v. 95, p. 56–64, 2017.

23 LASIA, A. **Electrochemical Impedance Spectroscopy and its Applications**. 1 ed. London: Springer International Publishing, 2014.

24 GERHARDUS H. KOCH, et al. **Corrosion costs and preventive strategies in the United States**, p. 1–12, 2002. Disponível em: < <http://impact.nace.org/documents/ccsupp.pdf> >. Acesso em: 25 jun. 2020.

25 SYRETT, B. C. et al. Cost of corrosion in the electric power industry. **Materials Performance**, n. 3, p. 18–22, 2002.

26 GERHARDUS H. KOCH. et al. **International Measures of Prevention, Application, and Economics of Corrosion Technologies Study**. Houston, 2016. Disponível em: < <http://impact.nace.org/documents/Nace-International-Report.pdf> >. Acesso em: 20 jul. 2020.

27 IUPAC. **Compendium of Chemical Terminology (the “Gold Book”)**. 2. ed. Oxford: Blackwell Scientific Publications, 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1351/goldbook>>. Acesso em: jul. 2020.

28 OHTSUKA, T. et al. **Electrochemistry for Corrosion Fundamentals**. 1 ed. Singapore: Springer, 2018.

29 PEREZ, N. **Electrochemistry and corrosion science**. 2 ed. Switzerland: Springer. 2016.

30 STEFANONI, M.; ANGST, U.; ELSENER, B. Local electrochemistry of reinforcement steel - Distribution of open circuit and pitting potentials on steels with different surface condition. **Corrosion Science**, v. 98, p. 610–618, 2015.

31 ČESEN, A.; KOSEC, T.; LEGAT, A. Characterization of steel corrosion in mortar by various electrochemical and physical techniques. **Corrosion Science**, v. 75, p. 47–57, 2013.

32 ARRIBA-RODRIGUEZ, L. et al. Methods to evaluate corrosion in buried steel structures: A review. **Metals**, v.8, n.5, e. 334, 2018.

33 ZHANG, Z. et al. Novel method for diagnosing corrosion of grounding electrodes in soil. **Electric Power Systems Research**, v. 178, e. 106049, 2020.



- 34 STOTT, J. F. D. Corrosion in Soils. In: ABDULLAHI A. A. **Reference Module in Materials Science and Materials Engineering**. 1 ed. Oxford: Elsevier Inc. p. 1–20, 2018.
  
- 35 DAS, G. et al. Evaluation of the long-term effect of lime treatment on a silty soil embankment after seven years of atmospheric exposure: Mechanical, physicochemical, and microstructural studies. **Engineering Geology**, v. 281, e.105986, 2021.
  
- 36 PITUELLO, C. et al. Nano to macro pore structure changes induced by long-term residue management in three different soils. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, v. 217, p. 49–58, 2016.
  
- 37 KIM, H. et al. Compaction effects on soil macropore geometry and related parameters for an arable field. **Geoderma**, v. 160, n. 2, p. 244–251, 2010.
  
- 38 MENG, M. et al. Long term forest conversion affected soil nanoscale pores in subtropical China. **Catena**, v. 185, e.104289, 2019.
  
- 39 HUANG, X. et al. Soil water retention dynamics in a Mollisol during a maize growing season under contrasting tillage systems. **Soil and Tillage Research**, v. 209, e-104953, 2021.
  
- 40 TIAN, H.; WEI, C.; TAN, L. Effect of freezing-thawing cycles on the microstructure of soils: A two-dimensional NMR relaxation analysis. **Cold Regions Science and Technology**, v. 158, p. 106–116, 2019.
  
- 41 LVOVICH V. A. Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) Applications to Sensors and Diagnostics. In: KREYSA, G.; OTA, KEN-ICHIRO.; SAVINELL. R.F. **Encyclopedia of Applied Electrochemistry**. New York: Springer, 2014.
  
- 42 LAZZARI, L. Engineering Tools for Corrosion. In: \_\_\_\_\_. **Corrosion in Water, Soil and Air**. 1 ed. New York: Woodhead Publishing, 2017, p. 81–100.
  
- 43 MASLEHUDDIN, M. et al. Effect of chloride concentration in soil on reinforcement corrosion. **Construction and Building Materials**, v. 21, n. 8, p. 1825–1832, 2007.

- 44 POURSAEE, A. **Corrosion of steel in concrete structures**. New York: Woodhead Publishing, 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/C2014-0-01384-6>>. Acesso em: 12 jun. 2020.
  
- 45 AKKOUICHE, R. et al. Influence of soil moisture on the corrosion processes of carbon steel in artificial soil: Active area and differential aeration cells. **Electrochimica Acta**, v. 213, p. 698–708, 2016.
  
- 46 DANG, D. N. et al. Influence of soil moisture on the residual corrosion rates of buried carbon steel structures under cathodic protection. **Electrochimica Acta**, v. 176, p. 1410–1419, 2015.
  
- 47 PAL, U. et al. Electric pole failure: A safety concern. **Engineering Failure Analysis**, v. 103, p. 249–258, 2019.
  
- 48 CARPINTERO, E. M. et al. Simulation of the Corrosion Behavior of Electric Transmission Lines Tower Legs By Means of Neural Networks. **International Journal of Engineering Technologies and Management Research**, v. 2, n. 2, p. 150–160, 2011.
  
- 49 ADADA, A. A. et al. Comparison between python and matlab algorithms for the evaluation of the corrosion grade in guyed transmission towers using artificial neural networks and machine committees. **Braz. J. of Develop**, v. 6, n. 12, p. 93920–93933, 2020.
  
- 50 MARUYAMA, I. et al. Dynamic microstructural evolution of hardened cement paste during first drying monitored by <sup>1</sup>H NMR relaxometry. **Cement and Concrete Research**, v. 122, p. 107–117, 2019.
  
- 51 SHE, A. M.; YAO, W.; YUAN, W. C. Evolution of various states of water in blended cementitious materials. **Applied Mechanics and Materials**, v. 193–194, p. 389–392, 2012.
  
- 52 FIGUEIRA, R. B. et al. Alkali-silica reaction in concrete: Mechanisms, mitigation and test methods. **Construction and Building Materials**, v. 222, p. 903–931, 2019.
  
- 53 SANCHEZ, L. F. M. et al. Condition assessment of an ASR-affected overpass after nearly 50 years in service. **Construction and Building Materials**, v. 236, e. 117554, 2020.

- 54 DU, F. et al. Chloride ions migration and induced reinforcement corrosion in concrete with cracks : A comparative study of current acceleration and natural marine exposure. **Construction and Building Materials**, v. 263, e.120099, 2020.
  
- 55 UDDIN, F.; SHAIKH, A. Effect of Cracking on Corrosion of Steel in Concrete. **International Journal of Concrete Structures and Materials**, v. 12, n. 3, 2018.
  
- 56 JI, Y. S. et al. Corrosion current distribution of macrocell and microcell of steel bar in concrete exposed to chloride environments. **Construction and Building Materials**, v. 47, p. 104–110, 2013.
  
- 57 SOHAIL, M. G. et al. Electrochemical behavior of mild and corrosion resistant concrete reinforcing steels. **Construction and Building Materials**, v. 232, e. 117205, 2020.
  
- 58 CAI, Y.; ZHANG, W.; YU, L.; et al. Characteristics of the steel-concrete interface and their effect on the corrosion of steel bars in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 253, e. 119162, 2020.
  
- 59 BERROCAL, C. G. et al. Corrosion initiation in cracked fibre reinforced concrete: Influence of crack width, fibre type and loading conditions. **Corrosion Science**, v. 98, p. 128–139, 2015.
  
- 60 GASIK, M. **Handbook of Ferroalloys**. 1 ed. Oxford: Elsevier Ltd, 2013.
  
- 61 YULE, L. C. et al. Nanoscale electrochemical visualization of grain-dependent anodic iron dissolution from low carbon steel. **Electrochimica Acta**, v. 332, e. 135267, 2020
  
- 62 ZHANG, X. et al. In situ Raman spectroscopy study of corrosion products on the surface of carbon steel in solution containing  $\text{Cl}^-$  and  $\text{SO}_4^{2-}$ . **Engineering Failure Analysis**, v. 18, n. 8, p. 1981–1989, 2011.
  
- 63 MORCILLO, M. et al. SEM/Micro-Raman Characterization of the Morphologies of Marine Atmospheric Corrosion Products Formed on Mild Steel. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 163, n. 8, p. 426–439, 2016.
  
- 64 SONG, Y. et al. Effects of chloride ions on corrosion of ductile iron and carbon steel in soil environments. **Scientific Reports**, v.7, e. 6865, 2017.

- 65 HE, B. et al. Short-term electrochemical corrosion behavior of pipeline steel in saline sandy environments. **Engineering Failure Analysis**, v. 59, p. 410–418, 2016.
- 66 KARTHICK, S.; MURALIDHARAN, S.; SARASWATHY, V. Corrosion performance of mild steel and galvanized iron in clay soil environment. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 13, n. 1, p. 3301–3318, 2020.
- 67 KOWALCZYK, R. M.; GAJEWICZ, A. M.; MCDONALD, P. J. The mechanism of water-isopropanol exchange in cement pastes evidenced by NMR relaxometry. **RSC Advances**, v. 4, n. 40, p. 20709–20715, 2014.
- 68 BURSTEIN, G.T. A hundred years of Tafel's Equation : 1905-2005, **Corrosion Science**, v. 47, p. 2858–2870, 2005.
- 69 BARSOUKOV, E.; MACDONALD, J. R. **Impedance Spectroscopy: Theory , Experiment , and Applications**. 2 ed. New Jersey: John Wiley & Sons, 2005.
- 70 LVOVICH, V. **IMPEDANCE SPECTROSCOPY Applications to Electrochemical and Dielectric Phenomena**. 1 ed. New Jersey: John Wiley & Sons, 2012.
- 71 RIBEIRO, D. V.; ABRANTES, J. C. C. Application of electrochemical impedance spectroscopy (EIS) to monitor the corrosion of reinforced concrete: A new approach. **Construction and Building Materials**, v. 111, p. 98–104, 2016.
- 72 CABEZA, M. et al. Impedance spectroscopy to characterize the pore structure during the hardening process of Portland cement paste. **Electrochimica Acta**, v. 51, n. 8-9, p. 1831–1841, 2006.
- 73 NÓVOA, X. R. Electrochemical aspects of the steel-concrete system. A review. **Journal of Solid State Electrochemistry**, v. 20, n. 8, p. 2113-2125, 2016.
- 74 DANZER, M. A. Generalized distribution of relaxation times analysis for the characterization of impedance spectra. **Batteries**, v. 5, n. 3, p. 1–16, 2019.
- 75 DIERICKX, S.; WEBER, A.; IVERS-TIFFÉE, E. How the distribution of relaxation times enhances complex equivalent circuit models for fuel cells. **Electrochimica Acta**, v. 355, e.136764, 2020.

- 76 SCHNEIDER, J. et al. Deconvolution of electrochemical impedance data for the monitoring of electrode degradation in VRFB. **Electrochimica Acta**, v. 336, e. 135510, 2020
- 77 WAN, T. H. et al. Influence of the Discretization Methods on the Distribution of Relaxation Times Deconvolution: Implementing Radial Basis Functions with DRTtools. **Electrochimica Acta**, v. 184, p. 483–499, 2015.
- 78 ZHANG, Y. et al. Reconstruction of relaxation time distribution from linear electrochemical impedance spectroscopy. **Journal of Power Sources**, v. 283, p. 464–477, 2015.
- 79 SACCOCCIO, M. et al. Optimal regularization in distribution of relaxation times applied to electrochemical impedance spectroscopy: Ridge and Lasso regression methods - A theoretical and experimental Study. **Electrochimica Acta**, v. 147, p. 470–482, 2014.
- 80 SCHLÜTER, N.; ERNST, S.; SCHRÖDER, U. Finding the Optimal Regularization Parameter in Distribution of Relaxation Times Analysis. **ChemElectroChem**, v. 6, n. 24, p. 6027–6037, 2019.
- 81 YAN, Y. et al. Performance and degradation of an SOEC stack with different cell components. **Electrochimica Acta**, v. 258, p. 1254–1261, 2017.
- 82 XIA, J. et al. A perspective on DRT applications for the analysis of solid oxide cell electrodes. **Electrochimica Acta**, v. 349, e.136328, 2020.
- 83 BRAUN, P. et al. Separation of the bulk and grain boundary contributions to the total conductivity of solid lithium-ion conducting electrolytes. **Journal of Electroceramics**, v.38, p. 157-167, 2017.
- 84 BOUKAMP, B. A. A Linear Kronig-Kramers Transform Test for Immittance Data Validation. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 142, n. 6, p. 1885, 1995.
- 85 American Society for Testing and Materials. **ASTM C876**: Standard test method for corrosion potentials of uncoated reinforcing steel in concrete. West Conshohocken. 2015.

- 86 SHARMA, A. et al. Ultrasonic guided waves for monitoring corrosion of FRP wrapped concrete structures. **Construction and Building Materials**, v. 96, p. 690–702, 2015.
- 87 American Society for Testing and Materials. **ASTM E 415**: Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic. West Conshohocken. 2015.
- 88 American Society for Testing and Materials. **ASTM C1218/C1218M**: Standard Test Method for Water-Soluble Chloride in Mortar and Concrete. West Conshohocken. 2015.
- 89 American Society for Testing and Materials. **ASTM D 4327**: Standard Test Method for Anions in Water by Suppressed Ion Chromatography. West Conshohocken. 2011.
- 90 American Society for Testing and Materials. **ASTM C1580**: Standard Test Method for Water-Soluble Sulfate in Soil. West Conshohocken. 2013.
- 91 KONIG, U.; DAVEPON, B. Microstructure of polycrystalline Ti and its microelectrochemical properties by means of electron-backscattering diffraction (EBSD). **Electrochimica Acta**, v. 47, n. 1, p. 149–160, 2001.
- 92 GOLDSTEIN, J. I. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 4. ed. New York: Springer, 2018.
- 93 LADD, M.; PALMER, R. **Structure Determination by X-ray Crystallography**. 5. ed. New York: Springer, 2013.
- 94 LENG, Y. **Materials characterization. Introduction to microscopic and spectroscopic methods**. 1 ed. Singapore: John Wiley & Sons, 2008.
- 95 American Society for Testing and Materials. **ASTM G 01**: Standard Practice for Preparing , Cleaning , and Evaluating Corrosion Test. West Conshohocken. 1999.
- 96 American Society for Testing and Materials. **ASTM-G187**. Standard test method for measurement of soil resistivity using the two-electrodes. West Conshohocken. 2018.

- 97 SAMOUEËLIAN, A. et al. Electrical resistivity survey in soil science: A review. **Soil and Tillage Research**, v. 83, n. 2, p. 173–193, 2005.
- 98 MATOS, T. S. et al. Analysis of anchor rod failure in a guyed transmission tower: Influence of microstructures and corrosion mechanisms. **Engineering Failure Analysis**, v. 121, e. 105166, 2021.
- 99 Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 87**: Aço carbono e ligados para construção mecânica - Designação e composição química. Rio de Janeiro. 2000.
- 100 HEJAZI, D. et al. Effect of manganese content and microstructure on the susceptibility of X70 pipeline steel to hydrogen cracking. **Materials Science and Engineering A**, v. 551, p. 40–49, 2012.
- 101 TORBATI-SARRAF, H.; POURSAEE, A. The influence of phase distribution and microstructure of the carbon steel on its chloride threshold value in a simulated concrete pore solution. **Construction and Building Materials**, v. 259, e. 119784, 2020.
- 102 RALSTON, K. D.; BIRBILIS, N. Effect of Grain Size on Corrosion : A Review. **Corrosion** , v. 66, n. 7, p. 1–13, 2010.
- 103 SOLEIMANI, M.; MIRZADEH, H.; DEHGHANIAN, C. Effect of grain size on the corrosion resistance of low carbon steel Effect of grain size on the corrosion resistance of low carbon steel. **Mater. Res. Express**, vol. 7, e. 016522, 2020.
- 104 TAKAHASHI, T.; PONGE, D.; RAABE, D. Investigation of orientation gradients in pearlite in hypoeutectoid steel by use of orientation imaging microscopy. **Steel research international**, v. 78, n. 1, p. 38–44, 2007.
- 105 MASOUMI, M.; SINATORA, A.; GOLDENSTEIN, H. Role of microstructure and crystallographic orientation in fatigue crack failure analysis of a heavy haul railway rail. **Engineering Failure Analysis**, v. 96, p. 320-329, 2019.
- 106 SONG, R. et al. Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C-Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing. **Acta Materialia**, v. 53, n. 3, p. 845–858, 2005.



- 107 YULE, L. C. et al. Nanoscale electrochemical visualization of grain-dependent anodic iron dissolution from low carbon steel. **Electrochimica Acta**, v. 332, e. 135267, 2020.]
- 108 ALCÁNTARA, J. et al. An attempt to classify the morphologies presented by different rust phases formed during the exposure of carbon steel to marine atmospheres. **Materials Characterization**, v. 118, p. 65–78, 2016.
- 109 DE LA FUENTE, D. et al. Characterisation of rust surfaces formed on mild steel exposed to marine atmospheres using XRD and SEM/Micro-Raman techniques. **Corrosion Science**, v. 110, p. 253–264, 2016.
- 110 ALCÁNTARA, J. et al. Airborne chloride deposit and its effect on marine atmospheric corrosion of mild steel, **Corrosion Science**, v. 97, p. 74–88, 2015.
- 111 WASIM, M.; DJUKIC, M. B. Corrosion induced failure of the ductile iron pipes at micro- and nano-levels, **Engineering Failure Analysis**, 329 v. 121, e. 105169, 2021.
- 112 LI, Z. et al. Mechanism and kinetics of hematite reduction under typical PWR secondary circuit condition, **Journal of Nuclear Materials**, v. 533, e 152132, 2020.
- 113 MATOS, T. S. et al. Effect of chloride- induced corrosion on the mechanical properties of galvanized carbon steel anchor rods of guyed power transmission line towers, **Espaço e Energia**, n. 28, p. 20-25, 2018.
- 114 NISHIMURA, T. Rust Formation Mechanism on Low Alloy Steels after Exposure Test in High Cl<sup>-</sup> and High SO<sub>x</sub> Environmen. **Materials (Basel)**, v. 10, n. 2, p. 199, 2017.
- 115 REFAIT, P. et al. Corrosion and cathodic protection of carbon steel in the tidal zone: Products, mechanisms and kinetics. **Corrosion Science**, v. 90, p. 375–382, 2015.
- 116 HANESCH, M. Raman spectroscopy of iron oxides and (oxy)hydroxides at low laser power and possible applications in environmental magnetic studies. **Geophysical Journal International**, v. 177, n. 3, p. 941–948, 2009.
- 117 XU, J.; JIANG, L.; WANG, J. Influence of detection methods on chloride threshold value for the corrosion of steel reinforcement. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 5, p. 1902–1908, 2009.

- 118 MEIRA, G. R. et al. Analysis of chloride threshold from laboratory and field experiments in marine atmosphere zone. **Construction and Building Materials**, v. 55, p. 289–298, 2014.
- 119 SNAPP, M.; TUCKER-KULESZA, S.; KOEHN, W. Electrical resistivity of mechanically stabilized earth wall backfill. **Journal of Applied Geophysics**, v. 141, p. 98–106, 2017.
- 120 INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA (INMET). **Estações automáticas**. Disponível em: <<http://www.inmet.gov.br/portal/index.php?r=estacoes/estacoesAutomaticas>> Acesso em: 10 jul. 2020.
- 121 WANG, S. et al. Field corrosion characterization of soil corrosion of X70 pipeline steel in a red clay soil. **Progress in Natural Science: Materials International**, v. 25, n. 3, p. 242–250, 2015.
- 122 ROVENTI, G. et al. Corrosion resistance of galvanized steel reinforcements in carbonated concrete: Effect of wet-dry cycles in tap water and in chloride solution on the passivating layer. **Cement and Concrete Research**, v. 65, p. 76–84, 2014.
- 123 LIU, Z. Y. et al. Field experiment of stress corrosion cracking behavior of high strength pipeline steels in typical soil environments. **Construction and Building Materials**, v. 148, p. 131–139, 2017.
- 124 ALAMILLA, J. L.; ESPINOSA-MEDINA, M. A.; SOSA, E. Modelling steel corrosion damage in soil environment. **Corrosion Science**, v. 51, n. 11, p. 2628–2638, 2009.
- 125 REFAIT, P. et al. Electrochemical formation of green rusts in deaerated seawater-like solutions. **Electrochimica Acta**, v. 56, n. 18, p. 6481–6488, 2011.
- 126 MATOS, T. S. et al. Resistividade Do Solo De Linhas De Transmissão Por Espectroscopia De Impedância Eletroquímica (EIS). **Braz. J. of Develop**, v. 6, n. 12, p. 9380–93883, 2020.
- 127 WANG, S.; LI, Z.; ZHANG, J.; et al. Experimental study on frequency-dependent properties of soil electrical parameters. **Electric Power Systems Research**, v. 139, p. 116–120, 2016.

128 KLEIN, K. A.; SANTAMARINA, J. C. Electrical Conductivity in Soils: Underlying Phenomena, **Journal of Environmental & Engineering Geophysics**, v. 8, n. 4, p. 263–273, 2003.

129 STRATMANN, L.; HEERY, B.; COFFEY, B. EmStat Pico : Embedded Electrochemistry with a Enabled , Potentiostat System on Module. **Analog Devices**, p.1-5, 2019. Disponivel em:< <http://tiny.cc/75awtz>> Acesso em: 10 mar. 2020.

130 LI, X. et al. Deconvolving distribution of relaxation times, resistances and inductance from electrochemical impedance spectroscopy via statistical model selection: Exploiting structural-sparsity regularization and data-driven parameter tuning. **Electrochimica Acta**, v. 313, p. 570–583, 2019.

131 GONZALEZ J. A. et al. On-site determination of corrosion rate inreinforced concrete structures by use of galvanostatic pulses. **Corrosion Science**, v. 43, n.4, p. 611-625, 2001.

## APÊNDICE 1 – PRODUÇÃO CIENTÍFICA

### Artigos completos publicados em periódicos

1 MATOS, T.S.; PORTELLA, K.F.; HENKE, S.L.; BRAGANÇA, M.O.G.P.; GALVÃO, M.P.; DIAS, B.G. ; LAGOEIRO, L. ; ALMEIDA, L.M. . Analysis of anchor rod failure in a guyed transmission tower: Influence of microstructures and corrosion mechanisms. **Engineering Failure Analysis**, v. 121, p. 105166, 2021.

2 MATOS, TIAGO SCHEFFER DE; PORTELLA, KLEBER FRANKE; HENKE, SÉRGIO LUIZ; BRAGANÇA, MARIANA D'OREY GAIVÃO PORTELLA; ALMEIDA, LARISSA MEDEIROS DE. Resistividade do solo de linhas de transmissão por Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS). **Brazilian Journal of Development**, v. 6, p. 9380-93883, 2020.

3 ADADA, ASSIEL A.; FELCHAK, LEONARDO WENDLER; FERNANDES, JOÃO MAURÍCIO; SANTOS, ALEXANDRE TACHIBANA DOS; MATOS, TIAGO SCHEFFER DE ; JAREK, AMANDA ; LACERDA, LUIZ ALKIMIN DE ; BRAGANÇA, MARIANA D'OREY GAIVÃO PORTELLA ; ALMEIDA, LARISSA MEDEIROS DE . Comparison between python and matlab algorithms for the evaluation of the corrosion grade in guyed transmission towers using artificial neural networks and machine committees **Brazilian Journal of Development**, v. 6, p. 93920-93933, 2020.

4 MATOS, TIAGO SCHEFFER DE; PORTELLA, KLEBER FRANKE; HENKE, SÉRGIO LUIZ; BRAGANÇA, MARIANA D'OREY GAIVÃO PORTELLA; BERRÊDO, ALESSANDRO CESAR DE SOUSA. Avaliação da taxa de corrosão do aço carbono 1040 em solo por modulação de frequência eletroquímica (EFM). **Materia-Rio de Janeiro**, v. 25, p. 12910, 2020.

5 MATOS, TIAGO S.; PORTELLA, KLEBER F.; HENKE, SÉRGIO L.; BRAGANÇA, MARIANA P.; GALVÃO, MURILO P. ; FAVARO, JOUBERT W. ; BURAS, MARCELO ; ALMEIDA, LARISSA M. DE . Resistividade em solos: efeito dos índices físicos e condições de análise. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, p. 77433-77442, 2020.

6 ADADA, ASSIEL. A.; MATOS, TIAGO S. DE; BRAGANÇA, MARIANA D'OREY GAIVÃO PORTELLA; LACERDA, LUIZ A. DE; ALMEIDA, LARISSA M. DE. CORROSION GRADE ON ANCHOR RODS OF GUYED TRANSMISSION TOWERS APPLYING MACHINE COMMITTEE. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, p. 82988-83002, 2020.

7 MATOS, TIAGO SCHEFFER DE; PORTELLA, KLEBER FRANKE; HENKE, SÉRGIO LUIZ; BRAGANÇA, MARIANA D'OREY GAIVÃO PORTELLA; RIBEIRO, BRUNO ENDO; PINKOSKI, IGOR MIGUEL; BERRÊDO, ALESSANDRO CESAR DE SOUSA . Aço carbono 1040 como indicador de agressividade do solo e da pasta de cimento em sistemas de ancoragem de linhas de transmissão. **Materia**-Rio de Janeiro, v. 24, p. e12473, 2019.

8 MATOS, T. S.; PORTELLA, K. F.; BRAGANCA, M. O. G. P.; RIBEIRO, B. E.; BERRÊDO, A. C. S. ; HENKE, S. L. . Effect of chloride-induced corrosion on the mechanical properties of galvanized carbon steel anchor rods of guyed power transmission line. **Espaço Energia**, v. 28, p. 20-25, 2018.

### Artigo em processo de submissão

1 MATOS, T.S.; PORTELLA, K.F.; HENKE, S.L.; BRAGANÇA, M.O.G.P. Encasement Portland pastes failures detection by distribution of relaxation times in electrochemical impedance spectroscopy measurements. **Journal XX**, v. xx, p. xx, 2021.

### Resumos publicados em anais de congressos

1 Tiago SCHEFFER DE MATOS; Kleber FRANKE PORTELLA; Sérgio LUIZ HENKE; Mariana D'OREY GAIVÃO PORTELLA BRAGANÇA; Alessandro CESAR DE SOUSA BERRÊDO. Corrosion rates of 1020 carbon steel anchor rods in soil by electrochemical frequency modulation (EFM). In: **The annual event of the European Federation of Corrosion (EFC Event number 445) EUROCORR 2019**, 2019, Sevilha. European Federation of Corrosion Event N°. 445, 2019.

2 MATOS, T. S.; PORTELLA, K. F.; HENKE, S. L.; BRAGANCA, M. O. G. P.; BERRÊDO, A. C. S. . Chloride induced corrosion of carbon steel anchor rods in soil. In: **XVII Brazilian MRS meeting**, 2018, Natal. XVII B-MRS Proceedings, 2018.

### Participação em congressos

1 The annual event of the European Federation of Corrosion (EFC Event number 445) EUROCORR 2019. Corrosion rates of 1020 carbon steel anchor rods in soil by electrochemical frequency modulation (EFM). 2019. (Congresso).

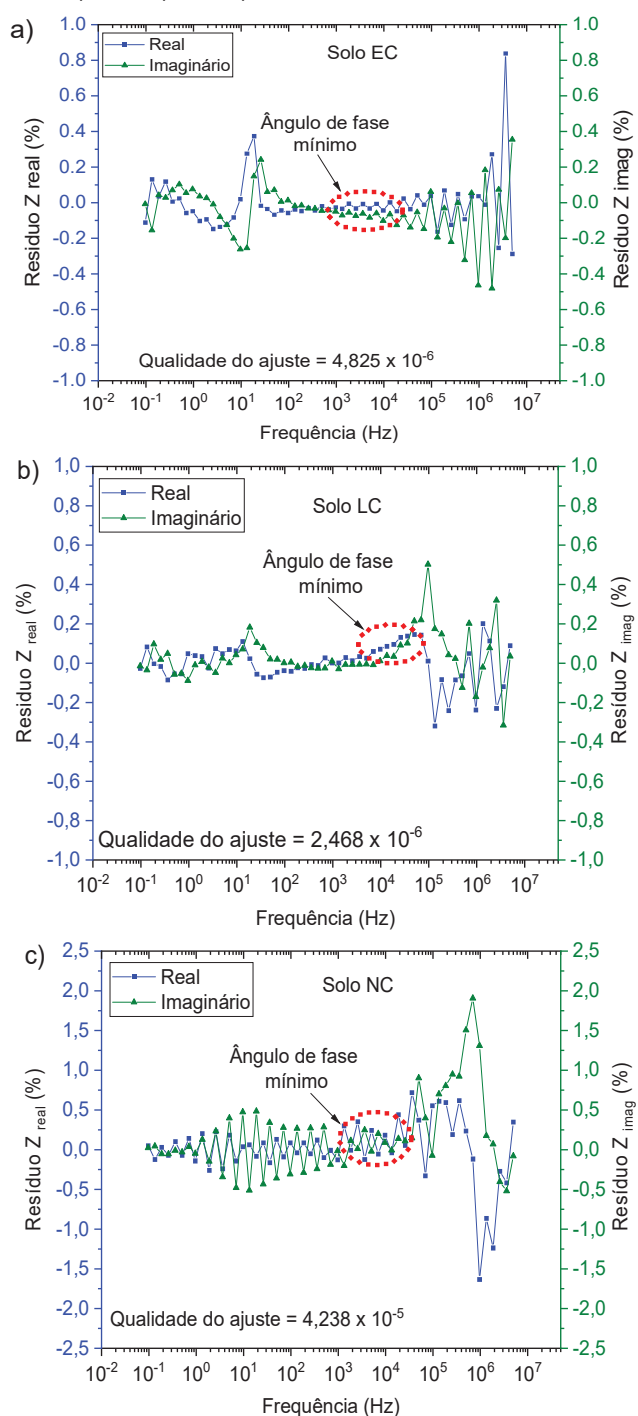
2 XVII Brazilian MRS Meeting. Chloride induced corrosion of carbon steel anchor rods in soil. 2018. (Congresso).

## APÊNDICE 2 – QUALIDADE DOS DADOS DAS ANÁLISES DE EIS

### 1- Qualidade dos dados das análises de resistividade do solo por EIS

A qualidade dos dados de EIS das análises de resistividade do solo foi analisada por meio dos resíduos das transformadas de K-K, FIGURA 1.

FIGURA 1 - RESÍDUOS DAS TRANSFORMADAS DE K-K DAS ANÁLISES DE RESISTIVIDADE DO SOLOS: a) EC, b) LC, c) NC

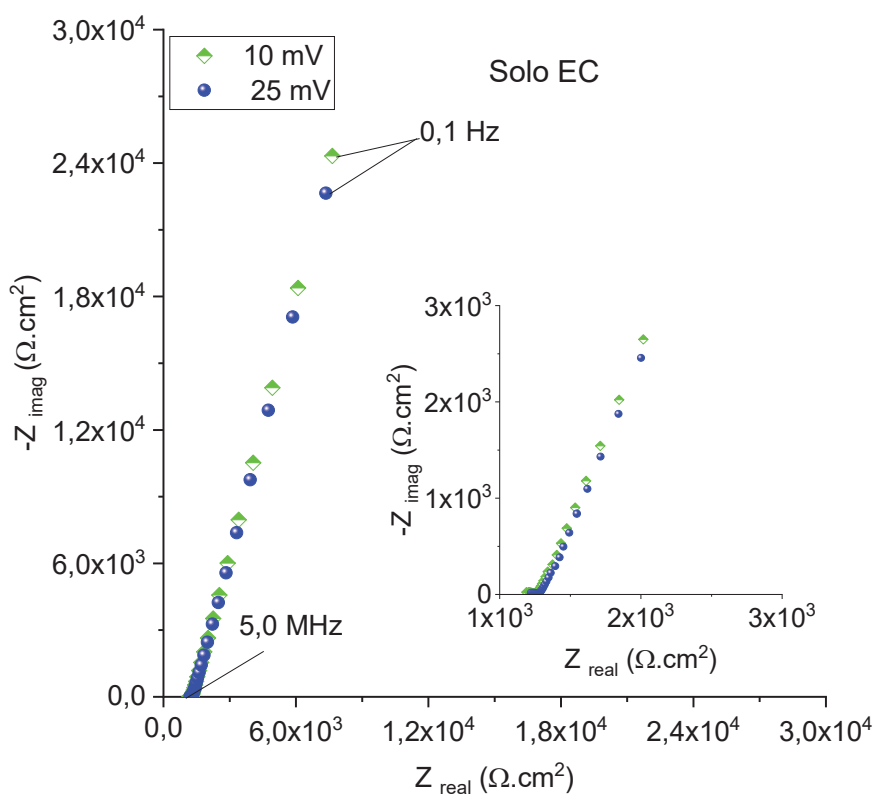


FONTE: O autor (2020).

O solo NC teve o pior ajuste (FIGURA 1C), com resíduos de até 2,0% em altas frequências, causado principalmente pela elevada resistividade desse solo, quando comparado com os demais. No entanto, na região onde foi encontrado o menor ângulo de fase em altas frequências, os resíduos das transformadas de K-K foram inferiores a 0,5% (menores que o limite de 1,0% reportado na literatura) indicando a boa qualidade dos dados de EIS obtidos nas análises de resistividade dos solos da LT<sup>20,76,82</sup>.

Apesar dos resultados de resistividade elétrica por EIS serem considerados de boa qualidade, também foi considerado o critério de linearidade para as análises realizadas foi avaliado (FIGURAS 2, 3 e 4). Embora, na análise de resistividade elétrica o objetivo tenha sido o de avaliar o eletrólito (solo), alterações na superfície dos eletrodos poderiam levar ao aumento da impedância ocasionando erros na medida.

FIGURA 2 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DO SOLO EC ANALISADO NAS AMPLITUDES DE 10 E 25 mV



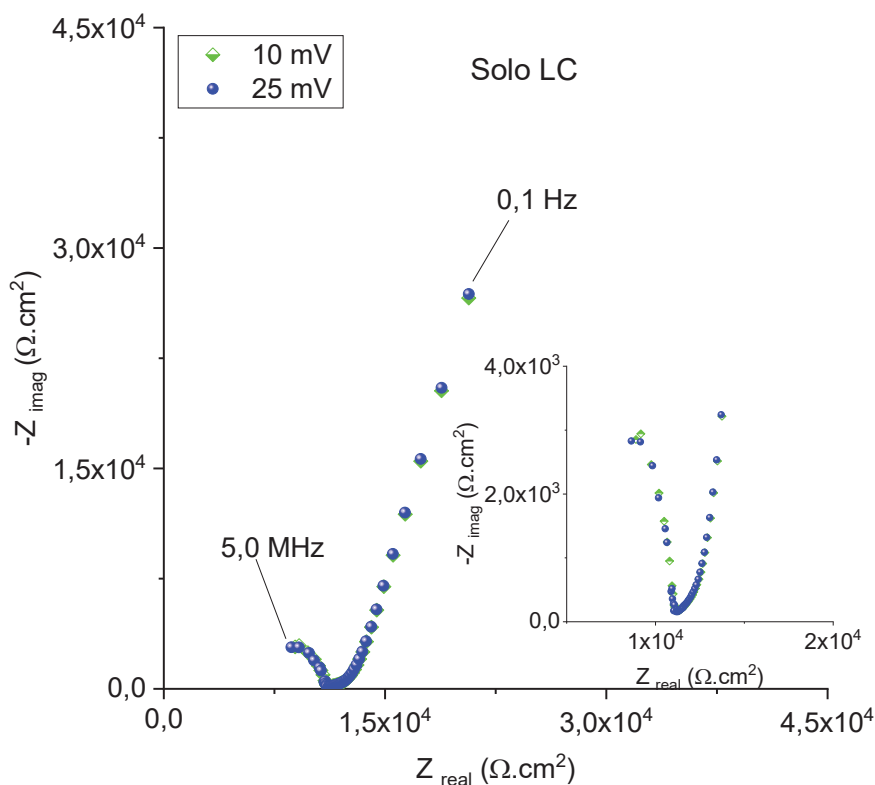
FONTE: O autor (2020).

No solo LC ocorreu a sobreposição dos valores de impedância encontrados nas amplitudes de 10 e 25 mV em toda a faixa de frequência, o que indicou que a



frequência utilizada (25 mV) estava na faixa linear da curva corrente vs. potencial. Isso corroborou com os resultados das análises dos resíduos de K-K.

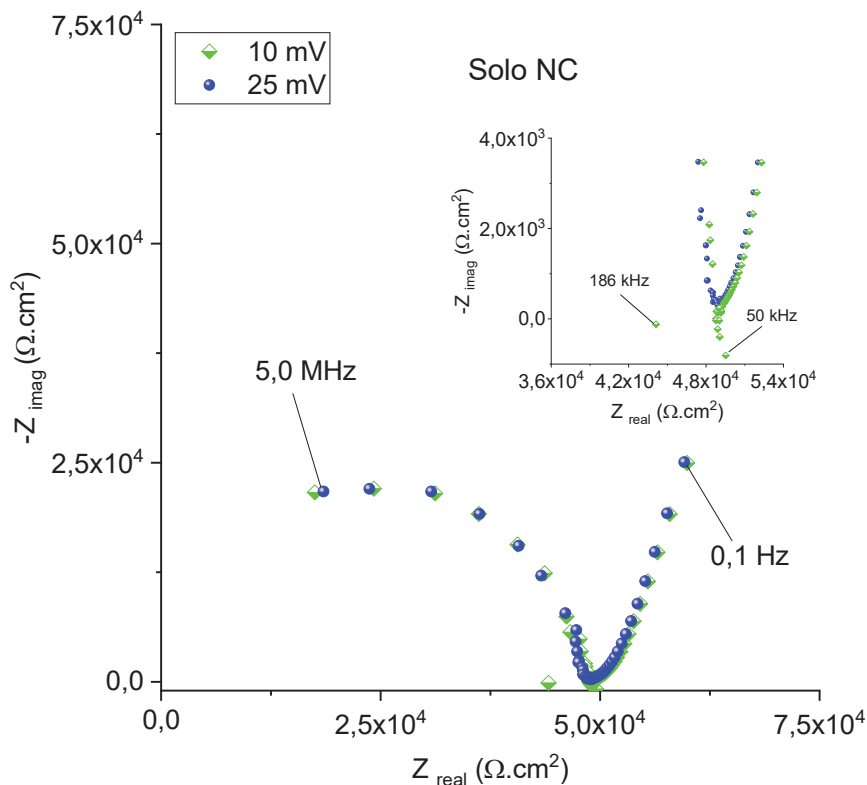
FIGURA 3 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DO SOLO LC ANALISADO NAS AMPLITUDES DE 10 E 25 mV



FONTE: O autor (2020).

No solo NC ocorreram algumas variações na análise realizada na amplitude de 10 mV em altas frequências (200-50 kHz), como destacado no diagrama na FIGURA 4. Essas variações podem ter sido causadas pela dificuldade da passagem da corrente no solo com maior resistência, o mesmo não ocorrendo na amplitude de 25 mV, porque o acréscimo da perturbação foi suficiente para manter a linearidade dos dados em toda a faixa de frequência. Esse resultado está de acordo com aqueles obtidos por meio dos resíduos das transformadas de K-K, onde esse solo apresentou o pior ajuste, mesmo na amplitude de 25 mV.

FIGURA 4 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DO SOLO NC ANALISADO NAS AMPLITUDES DE 10 E 25 mV



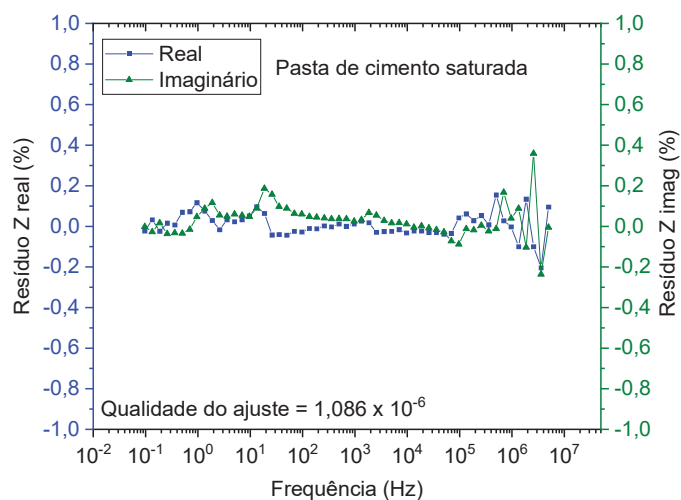
FONTE: O autor (2020).

## 2 - Qualidade dos dados de EIS das análises de caracterização da pasta de cimento

A qualidade dos dados de EIS obtidos nas medidas realizadas na pasta de cimento saturada foi avaliada pela análise dos resíduos das transformadas de K-K<sup>20</sup> (FIGURA 5). Os resíduos foram menores que 0,5% em toda a faixa de frequência (5 MHz – 0,1 Hz), logo esses dados estão condizentes com os critérios de qualidade indicados na literatura<sup>20</sup>.

O critério de linearidade da perturbação aplicada foi testado na pasta de cimento saturada. Por meio do diagrama no plano complexo (FIGURA 6) foi possível observar a sobreposição dos dados de impedância nas amplitudes de 10 e 25 mV indicando que a amplitude utilizada nos testes de EIS (25 mV) encontra-se na faixa de linearidade em toda a faixa de frequência da análise (5 MHz – 0,1 Hz).

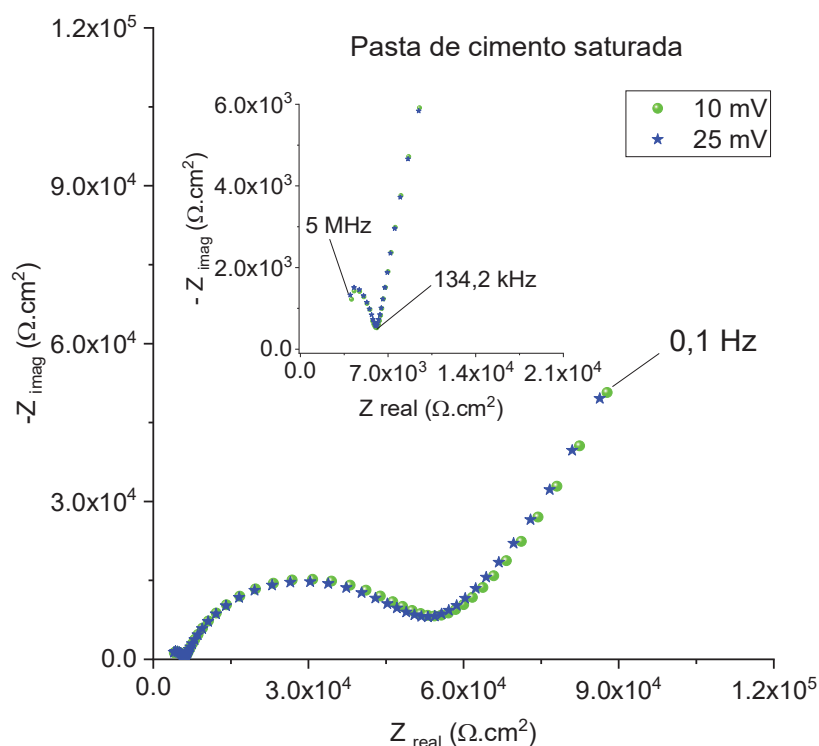
FIGURA 5 - RESÍDUOS DAS TRANSFORMADAS DE K-K DA PASTA DE CIMENTO SATURADA



FONTE: O autor (2020).

Esse resultado está de acordo com os resultados de conformidade dos resíduos das transformadas de K-K<sup>20</sup>, pois quando todos os critérios estabelecidos por essa relação são satisfeitos, os resíduos são menores que 1,0%<sup>20</sup>. Caso contrário, os critérios de linearidade, estabilidade e causalidade precisam ser investigados separadamente para identificar qual deles não está sendo contemplado na análise de EIS, acarretando a redução da qualidade dos dados obtidos<sup>69</sup>.

FIGURA 6 - DIAGRAMA NO PLANO COMPLEXO DA PASTA DE CIMENTO SATURADA NAS AMPLITUDES DE 10 E 25 mV

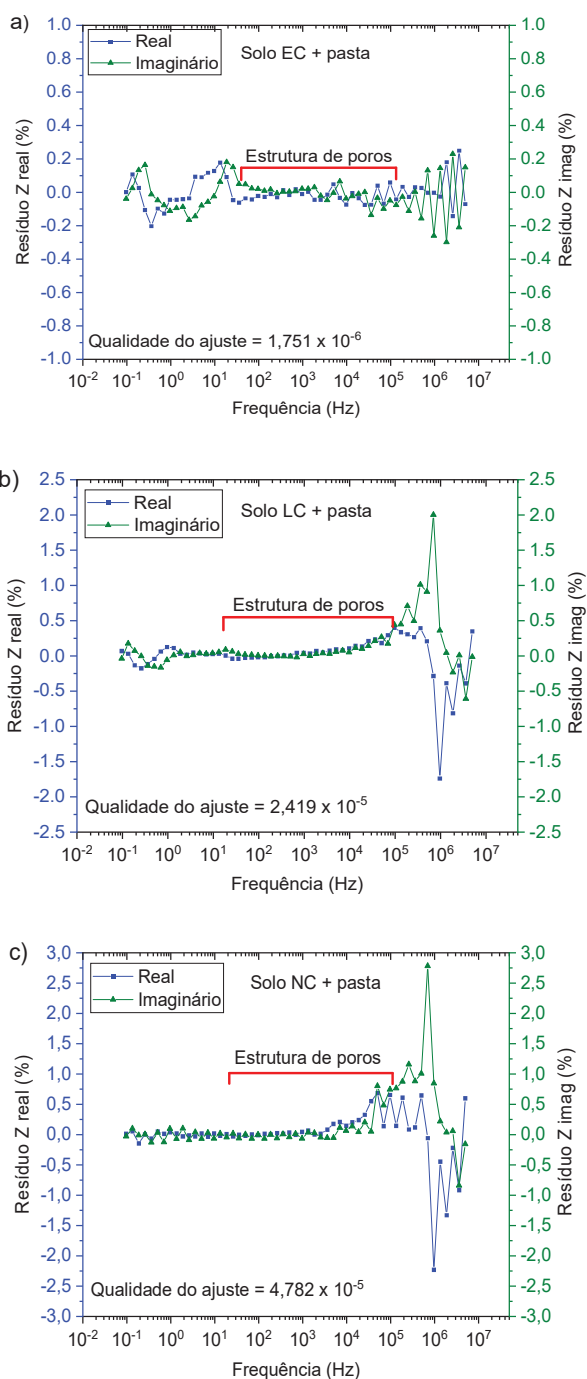


FONTE: O autor (2020).

### 3 - Qualidade dos dados de EIS utilizados na análise de detecção da falha no encapsulamento

A qualidade dos dados utilizados no desenvolvimento da metodologia de avaliação de falhas de encapsulamento de hastes de âncora pode ser visualizada na FIGURA 7.

FIGURA 7 - RESÍDUOS DAS TRANSFORMADAS DE K-K DOS DADOS DE EIS UTILIZADOS NA ANÁLISE DE FALHA DO ENCAPSULAMENTO NO SOLOS: a) EC, b) LC, c) NC



FONTE: O autor (2020).

As análises realizadas nos solos EC e LC (FIGURA 7A, FIGURA 7 B) tiveram resíduos inferiores a 0,5% na região de detecção da estrutura de poros. Porém, no solo NC (FIGURA 7C), os resíduos nas frequências maiores da região da estrutura de poros ficaram próximos de 1,0%, reduzindo com a diminuição da frequência. Isso ocorreu provavelmente devido à dificuldade de passagem da corrente no solo com maior valor de resistividade elétrica, entre as amostras analisadas. Embora os resíduos tenham sido maiores valores abaixo de 1,0% ainda foram aceitáveis, conforme citado na literatura<sup>20</sup>.

## APÊNDICE 3 – GUIA RÁPIDO PARA ANÁLISE DA RESISTIVIDADE DO SOLO POR EIS

### 1 - LIGANDO O EQUIPAMENTO


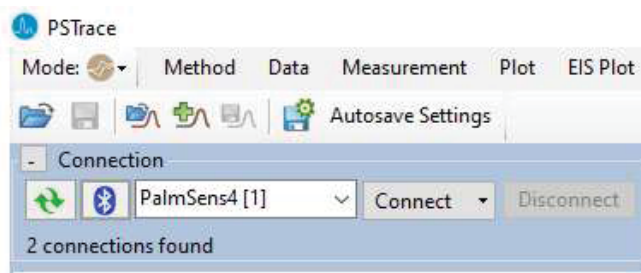
Ligar o cabo usb potenciostato/galvanostato ao laptop, conectar o cabo da conexão dos eletrodos. Após esse procedimento, abrir o software PStTrace, ligar o equipamento pressionando o botão ligar/desligar, aguardar o reconhecimento do equipamento e clicar em *connect* (FIGURA 1). Caso o equipamento não seja reconhecido automaticamente, clicar no botão *refresh* .

FIGURA 1 - CONEXÃO DO EQUIPAMENTO AO SOFTWARE PStTrace



Fonte: O autor (2020).

Essa conexão também pode ser realizada por bluetooth. Além disso, o controle do equipamento para a realização das análises, também pode ser feito por meio do aplicativo para Android PSTouch.

### 2 - AMOSTRAGEM DO SOLO

Realizar a amostragem do solo a uma profundidade de 30-40 cm da superfície. A amostragem pode ser realizada com um trado manual ou com um martelete perfurador com uma broca de perfuração e um aparato para coleta do solo.

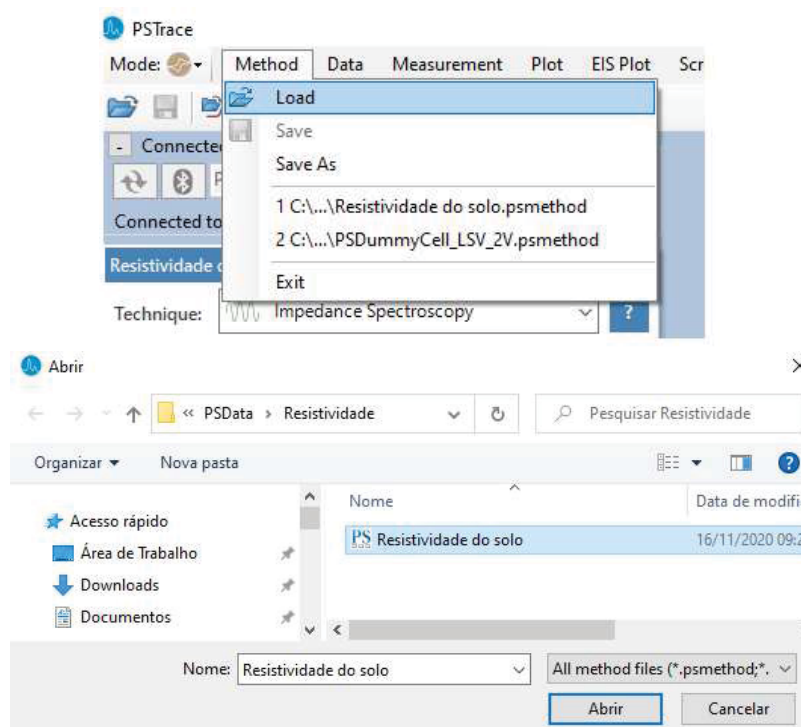
### 3 - ANÁLISE

Deve-se adicionar pequenas porções de solo na *soil box* e compacta-lo, e na sequência adicionar pequenas porções de água destilada até a saturação do solo. Repetir esse procedimento até o preenchimento da *soil box*.

Após isso, deve-se conectar as garras tipo “jacaré” nas placas de aço da *soil box* (jacaré VERMELHO em umas das PLACAS e os jacarés PRETO E AZUL na outra placa) e anotar a temperatura.

Na barra de tarefa superior deve-se clicar em *Method* e após em *Load* e na sequência selecionar o método resistividade do solo no caminho: **documentos/PSData/Resistividade/Resistividade do solo**, conforme FIGURA 2.

FIGURA 2- SEQUÊNCIA PARA CARREGAMENTO DO MÉTODO DE RESISTIVIDADE POR EIS

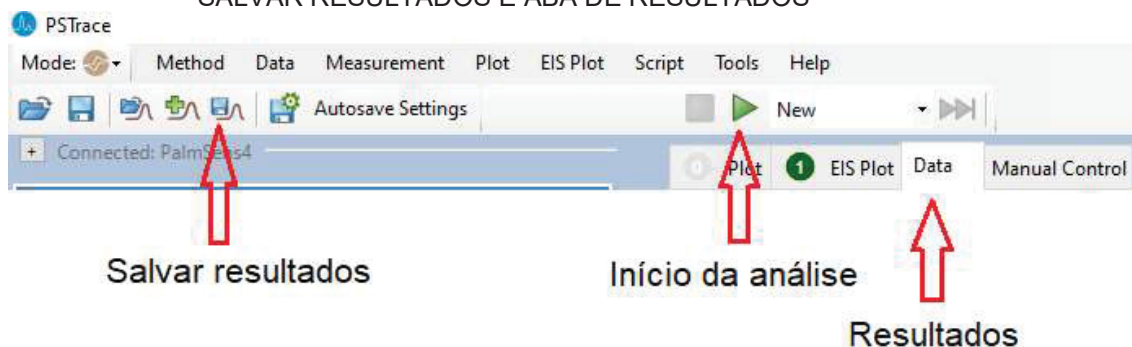


Fonte: O autor (2020).

Logo após, iniciar a análise clicando em *start measurement*. Após o término (aproximadamente 1 min), salvar o arquivo gerado atribuindo o nome ou localização para a análise no caminho: **documentos/PSData/Resistividade**. Na aba *Data*, é possível visualizar os resultados numéricos. Na FIGURA 3 é possível visualizar uma imagem da tela do software com a localização dos itens citados anteriormente.



FIGURA 3 - TELA DO SOFTWARE COM REALCE PARA OS BOTÕES DE INÍCIO DA ANÁLISE, SALVAR RESULTADOS E ABA DE RESULTADOS



Fonte: O autor (2020).

#### 4 - CÁLCULO DA RESISTIVIDADE DO SOLO

Para calcular a resistividade deve clicar em *Data* na barra de tarefas, na parte superior dos gráficos da análise. Deve-se utilizar o valor de **ZRe/Ohm** (quarta coluna) da **linha 21** que corresponde a frequência de **10 kHz**. Esse valor deve ser multiplicado por **0,04** (fator da *soil box*). O resultado obtido é a resistividade do solo em  $\Omega.m$ .

No exemplo da Figura 4, é possível visualizar o valor encontrado foi de 1,031E02, ou seja 103,1, que multiplicado por 0,04 fornece o valor de resistividade de 4,12  $\Omega.m$  na temperatura em que o ensaio foi realizado. Caso a temperatura seja superior ou inferior a 25 °C, realizar a correção conforme item 4.1.

FIGURA 4- TELA DO SOFTWARE, COM DESTAQUE PARA O DADO UTILIZADO NO CÁLCULO DA RESISTIVIDADE DO SOLO.

Index	Frequency/Hz	Z/Ohm	ZRe/Ohm	-ZIm/Ohm	-Phase/Degr	Cs/F	CR	Idc/uA	Iac/uA	Edc/V	Eac/V
3	6.310E+005	9.929E+001	9.923E+001	3.261E+000	1.882	1.293E+007	10 mA	5.007E+000	2.339E+002	2.289E+005	2.330E+002
4	5.012E+005	1.002E+002	1.001E+002	3.039E+000	1.739	9.571E+006	10 mA	4.530E+000	2.336E+002	1.240E+005	2.347E+002
5	3.981E+005	1.007E+002	1.007E+002	2.656E+000	1.512	6.645E+006	10 mA	4.530E+000	2.349E+002	7.629E+006	2.373E+002
6	3.162E+005	1.011E+002	1.011E+002	2.313E+000	1.311	4.596E+006	10 mA	4.053E+000	2.264E+002	1.717E+005	2.295E+002
7	2.512E+005	1.014E+002	1.013E+002	1.962E+000	1.109	3.097E+006	10 mA	4.053E+000	2.314E+002	2.003E+005	2.353E+002
8	1.995E+005	1.016E+002	1.015E+002	1.699E+000	0.958	2.130E+006	10 mA	4.053E+000	2.349E+002	3.433E+005	2.392E+002
9	1.585E+005	1.017E+002	1.017E+002	1.471E+000	0.828	1.465E+006	10 mA	4.053E+000	2.369E+002	2.766E+005	2.417E+002
10	1.259E+005	1.019E+002	1.019E+002	1.308E+000	0.735	1.034E+006	10 mA	3.576E+000	2.382E+002	3.529E+005	2.435E+002
11	1.000E+005	1.020E+002	1.020E+002	1.155E+000	0.649	7.257E+005	10 mA	3.576E+000	2.389E+002	3.624E+005	2.445E+002
12	7.943E+004	1.023E+002	1.023E+002	6.391E+001	0.358	3.190E+005	1 mA	2.408E+000	2.382E+002	1.144E+005	2.443E+002
13	6.310E+004	1.024E+002	1.024E+002	9.096E+001	0.509	3.606E+005	1 mA	2.551E+000	2.387E+002	3.052E+005	2.451E+002
14	5.012E+004	1.024E+002	1.024E+002	1.071E+000	0.599	3.373E+005	1 mA	2.360E+000	2.389E+002	1.812E+005	2.454E+002
15	3.981E+004	1.025E+002	1.025E+002	1.082E+000	0.610	2.731E+005	1 mA	2.217E+000	2.390E+002	9.537E+006	2.458E+002
16	3.162E+004	1.026E+002	1.026E+002	1.098E+000	0.613	2.182E+005	1 mA	2.360E+000	2.370E+002	2.956E+005	2.440E+002
17	2.512E+004	1.027E+002	1.027E+002	1.047E+000	0.584	1.652E+005	1 mA	2.170E+000	2.376E+002	1.144E+005	2.448E+002
18	1.995E+004	1.028E+002	1.028E+002	1.020E+000	0.568	1.278E+005	1 mA	2.074E+000	2.378E+002	4.768E+006	2.452E+002
19	1.585E+004	1.029E+002	1.029E+002	9.973E+001	0.555	9.931E+004	1 mA	2.122E+000	2.380E+002	9.537E+006	2.455E+002
20	1.259E+004	1.030E+002	1.030E+002	9.769E+001	0.544	7.727E+004	1 mA	2.074E+000	2.379E+002	0.000E+000	2.457E+002
21	1.000E+004	1.031E+002	1.031E+002	1.004E+000	0.558	6.311E+004	1 mA	2.074E+000	2.377E+002	5.722E+006	2.458E+002

Fonte: O autor (2020).

#### 4.1. Correção da temperatura

Para realizar a correção da resistividade da temperatura analisada para a temperatura de 25 °C, deve utilizar a equação 1.

$$\rho_T = \rho_{25\text{ °C}} [1 + \alpha(T - 25\text{ °C})] \quad (1)$$

Onde:

$\rho_T$  é a resistividade na temperatura medida.

$\rho_{25\text{ °C}}$  é a resistividade corrigida para a temperatura de 25 °C.

$\alpha$  é o fator de correção 0,0202 (2,02%).

$T$  é a temperatura no qual o ensaio foi realizado.

Essa correção é válida para análises realizadas em temperaturas entre 15-35 °C, onde a cada aumento de 1 °C ocorre uma variação de 2,02% no valor da resistividade do solo.